

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU**  
**FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

**UTJECAJ MIKROSTRUKTURE BRZOREZNOG ČELIKA NA TRIBOLOŠKA  
SVOJSTVA REZNIH ALATA**

**DOKTORSKI RAD**

**SANJA ŠOLIĆ**

**ZAGREB, 2010.**



**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU**  
**FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

**UTJECAJ MIKROSTRUKTURE BRZOREZNOG ČELIKA NA TRIBOLOŠKA  
SVOJSTVA REZNIH ALATA**

**DOKTORSKI RAD**

**Mentor:**

**Prof. dr. sc. Franjo Cajner**

**Pristupnica:**

**Sanja Šolić, dipl. ing.**

**ZAGREB, 2010.**





**UDK:** 621.78:669.15-194.3:621.9

**Ključne riječi:** brzorezni čelik, rezni alati, otpornost na trošenje, duboko hlađenje, TiAlN  
prevlaka

**Znanstveno područje:** TEHNIČKE ZNANOSTI

**Znanstveno polje:** Temeljne tehničke znanosti

**Znanstvena grana:** Materijali

**Institucija u kojoj je rad izrađen:**

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

**Mentor rada:** Prof. dr. sc. Franjo Cajner

**Broj stranica:** 173

**Broj slika:** 122

**Broj tablica:** 36

**Broj korištenih bibliografskih jedinica:** 70

**Datum obrane:**

**Povjerenstvo:**

dr. sc. Zdravko Schauperl, izv. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Franjo Cajner, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Toma Udiljak, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Vojteh Leskovšek, izv. prof., Inštitut za materiale in tehnologijo, Ljubljana

dr. sc. Darko Landek, doc., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Institucija u kojoj je rad pohranjen:**

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

NACIONALNA I SVEUČILIŠNA KNJIŽNICA, ZAGREB

## ZAHVALA

---

*Zahvalila bih na početku svom mentoru, prof. dr. sc. Franji Cajneru na stručnom vodstvu, podršci i strpljenju koje je imao za mene svih ovih godina provedenih na Katedri za toplinsku obradu i inženjerstvo površina, te na korisnim savjetima, sugestijama, primjedbama i prijedlozima koji su pridonijeli kvaliteti ovog rada.*

*Predsjedniku povjerenstva prof. dr. sc. Zdravku Schauperlu zahvaljujem na stručnim savjetima, komentarima, kritikama te strpljenju, moralnoj potpori i mnogim otvorenim vratima.*

*Prof. dr. sc. Tomi Udiljaku zahvalila bih na savjetima pri planiranju, pripremi i realizaciji „machinability testa“.*

*Prof. dr. sc. Vojtehu Leskovšku veliko hvala na gostoprimstvu i otvorenim vratima Inštituta za materijale in tehnologijo u Ljubljani, stručnim savjetima, idejama, komentarima, i prenesenom znanju iz područja metalurgije i toplinske obrade.*

*Doc. dr. sc. Darku Landeku zahvaljujem na korisnim savjetima, smjernicama i uputama.*

*Ne mogu naći dovoljno riječi kojima bih se zahvalila dr. sc. Peteru Panjanu, voditelju Centra za trde prevleke pri Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani, na vremenu koje je posvetio meni i mojim uzorcima jer bez njega i njegovog tima (Jožko Fišer dr. sc. Miha Čekada, Srečko Paskvale, univ.dipl.fiz., Matjaž Panjan, univ.dipl.fiz) ovaj doktorski rad ne bi bio potpun. Zahvalila bi mu na idejama, entuzijizmu, volji i ogromnoj pomoći pri strpljivom komentiranju i analizi svih mojih rezultata, te što mi je nesebično prenio mali dio svog ogromnog znanja o prevlakama.*

*Zahvalila bih djelatnicima IMT-a u Ljubljani prvenstveno direktorici prof. dr. sc. Moniki Jenko na gostoprimstvu; dr. sc. Matjažu Godecu, voditelju Laboratorija za metalografiju, na strpljenju pri realizaciji svih mojih ideja za analizu mikrostrukture i prekrasnim slikama na FE SEM-u; Dr. sc. Borivoju Šuštaršiću, voditelju Laboratorija za metalurgiju prahov, na realizaciji tlačnog pokusa te odvojenom vremenu za analizu rezultata, diskusiju i komentare mehaničkih svojstava ispitivanog čelika te prenesenom znanju o metalurgiji praha; Dr. sc. Darji Jenko zahvaljujem na TEM analizi.*

*Zahvaljujem i prof. dr. sc. Jožetu Vižintinu te posebno prof. dr. sc. Bojanu Podgorniku iz Centre for Tribology and Technical Diagnostic Ljubljana na susretljivosti, stručnim savjetima i provedenim tribološkim ispitivanjima.*

*Zahvalila bih još i:*

- g. Zoranu Popoviću, dipl. ing. i tvrtki Böhler na 4 m brzoreznog čelika PM S390 MC
- g. Kreši Šparavcu, dipl. ing. i tvrtki „Kapri – strojna obrada“ na izradi uzoraka i reznih pločica

- g. Ivanu Jerenu, dipl. ing. i tvrtki „Alfa tim“ na poliranju uzoraka i reznih pločica
- g. Dariju Karlovčanu, dipl. ing. i tvrtki „PROplin“ na promptnoj dostavi erodenta Ottawa 50/70
- djelatnicima Laboratorija za toplinsku obradu FSB-a, posebno g. Željku Kostanjskom na provedbi svojih toplinskih „receptata“ u djelo (od kojih su neki trajali i više od 12h)
- djelatnicima Laboratorija za alatne strojeve FSB-a, posebno g. Zlatku Čatlaku, dipl. ing. na strpljivoj i preciznoj izvedbi „machinability testa“
- djelatnicima Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava FSB-a, posebno dr. sc. Željku Alaru, na ispitivanju tvrdoće
- dragoj prijateljici i kolegici doc. dr. sc. Suzani Jakovljević na strpljivom slikanju reznih oštrica i tragova trošenja na SEM-u i moralnoj potpori u najtežim trenucima
- Mateji Šnajdar, mag.ing.mech., Ivanu Kumiću, mag.ing.mech. („kolega Fumić iz Pule“) i Saši Kovačiću, mag.ing.mech. na metalografiji, kvantitativnoj metalografskoj analizi, pomoći pri izračunu  $K_{IC}$ , ispitivanjima erozije i moralnoj potpori
- prof. dr. sc. Francu Zupaniću s Fakulteta za strojništvo Univerze v Mariboru na Focused Ion Beam analizi uzoraka s prevlakom
- prof. dr. sc. Lidiji Ćurković na GDOS analizi uzoraka s prevlakom
- prof. dr. sc. Vinku Ivušiću, prof. dr. sc. Slobodanu Kralju i prof. dr. sc. Zoranu Kožuhu na moralnoj potpori pri rješavanju tekućih problema

*Zahvaljujem i svim dragim kolegicama i kolegama sa Zavoda za materijale i svima ostalima koje nisam spomenula, a koji su na bilo koji način doprinijeli kvaliteti i dovršetku ovog rada.*

*Na kraju bi zahvalila svojoj obitelji, suprugu Tomislavu koji je imao puno strpljenja i razumijevanja za mene i moje teške trenutke te mojim dragim roditeljima na svemu što su mi pružili. Posebno bi zahvalila svojoj mami Biserki Roksandić, dipl. ing. kemije (s trenutnim zanimanjem „baka Biba“) koja je s puno ljubavi čuvala i još uvijek čuva i brine se za moju kćer Lunu kada god i koliko god je potrebno, bez pitanja i pogovora.*

*Najdražoj kćeri Luni koja je najviše bila zakinuta za moje vrijeme jer „mama mora pisati“ posvećujem ovaj doktorski rad.*



## SADRŽAJ

SAŽETAK	I
SUMMARY	II
KLJUČNE RIJEČI / KEY WORDS	III
POPIS OZNAKA	IV
POPIS SLIKA	VII
POPIS TABLICA	XV
<b>1. UVOD</b>	<b>....1</b>
1.1 HIPOTEZA RADA	....2
1.2 PODRUČJE I CILJEVI ISTRAŽIVANJA	.....3
<b>2. MEHANIZMI TROŠENJA REZNIH ALATA</b>	<b>....5</b>
2.2 TROŠENJE REZNIH ALATA	....9
2.1.1 Oblici trošenja rezne oštrice alata	....10
<b>3. ALATNI MATERIJALI</b>	<b>....15</b>
3.1 ALATNI MATERIJALI PRIMJERENI ZA NANOŠENJE TVRDIH PREVLAKA	....16
3.2 BRZOREZNI ČELICI	....17
3.2.1 Legirni elementi brzoreznih čelika i njihovo djelovanje	....17
3.2.2 Karbidi u mikrostrukтури brzoreznih čelika	....18
3.2.3 Brzorezni čelici dobiveni metalurgijom praha	....19
<b>4. TOPLINSKA OBRADA BRZOREZNIH ČELIKA</b>	<b>....21</b>
4.1 KALJENJE BRZOREZNIH ČELIKA	.....21
4.2 POPUŠTANJE BRZOREZNIH ČELIKA	....23
4.3 DUBOKO HLAĐENJE	....24
<b>5. TVRDE PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA</b>	<b>....29</b>
5.1 TVRDE CVD PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA	....29

5.2	TVRDE PVD PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA	....31
5.3	TRIBOSUSTAV «OSNOVNI MATERIJAL / PREVLAKA /OBRADAK»	....33
5.3.1	Adhezijska veza prevlaka – osnovni materijal	....34
5.3.2	Mogućnosti poboljšanja adhezivnosti prevlake i osnovnog materijala	....36
<b>6.</b>	<b>EKSPERIMENTALNA ISPITIVANJA</b>	<b>....39</b>
6.1	PRIPREMA UZORAKA	....40
6.2	TOPLINSKA OBRADA	....41
6.2.1	Mikrostrukturne promjene tijekom toplinske obrade	....43
6.3	IONSKO NITRIRANJE (NITRIRANJE U PLAZMI IONIZIRAJUĆIH PLINOVA)	....48
6.4	NANOŠENJE TiAlN PREVLAKE PVD POSTUPKOM	....50
6.4.1	Svojstva TiAlN prevlake	....50
6.4.2	Nanošenje TiAlN prevlake	....51
6.5	LABORATORIJSKA ISPITIVANJA NA UZORCIMA BEZ PREVLAKE	....53
6.5.1	Metalografska analiza	....53
6.5.2	Određivanje lomne žilavosti $K_{IC}$	....72
6.5.3	Tlačno ispitivanje	....74
6.5.4	Ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje („galling“) „load scanning test-om“	....77
6.5.5	Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“	....81
6.6	LABORATORIJSKA ISPITIVANJA NA UZORCIMA S TiAlN PREVLAKOM	....84
6.6.1	Kemijski sastav i mikrostruktura prevlake	....84
6.6.2	Debljina prevlake	....99
6.6.3	Tvrdoća prevlake	...102

6.6.4	Ispitivanje prionjivosti (adhezivnosti) prevlake	...107
6.6.4.1	„Scratch test“ – ispitivanje brazdanjem	...107
6.6.4.2	Rockwell-ova metoda utiskivanja indentora	...110
6.6.4.3	Ispitivanje sile probijanja prevlake metodom „kuglica na ploči“	...112
6.6.5	Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“	...114
6.6.6	Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje	...116
6.7	ISPITIVANJE TROŠENJA REZANJEM JEDNOM OŠTRICOM (MACHINABILITY TEST)	...121
6.6.1	Snimanje krivulje trošenja	...127
6.6.2	Indeks učinkovitosti prevučenih alata, <i>NCTE-indeks</i>	...132
7.	<b>ANALIZA REZULTATA I DISKUSIJA</b>	<b>...135</b>
8.	<b>ZAKLJUČAK</b>	<b>...147</b>
9.	<b>LITERATURA</b>	<b>...149</b>
	<b>ŽIVOTOPIS / BIOGRAPHY</b>	<b>...154</b>
	<b>PRILOG I</b>	<b>...155</b>
	<b>PRILOG II</b>	<b>...159</b>
	<b>PRILOG III</b>	<b>...163</b>
	<b>PRILOG IV</b>	<b>...169</b>





## SAŽETAK

U okviru ovog doktorskog rada ispitan je utjecaj mikrostrukture na tribološka svojstva brzoreznog čelika te reznih alata izrađenih od brzoreznog čelika prevučenih TiAlN prevlakom. Ispitivani brzorezni čelik dobiven je metalurgijom praha oznake Böhler PM S390 MC. Različita mikrostrukturna stanja ovog čelika dobivena su toplinskom obradom na dva načina: konvencionalno (kaljenje u vakuumu, tri visoko temperaturna popuštanja) i dubokim hlađenjem (kaljenje u vakuumu, duboko hlađenje u tekućem dušiku, visoko temperaturno popuštanje). Kod pojedinih stanja provedeno je i nitriranje u plazmi ionizirajućih plinova. Na tako pripremljenu podlogu nanjena je TiAlN prevlaka PVD postupkom.

Detaljna karakterizacija mikrostrukture provedena je „field emission“ skenirajućim elektronskim mikroskopom (FE SEM), transmisijom elektronskim mikroskopom (TEM), rendgenskom difrakcijom (XRD). Mikro analiza kemijskog sastava pojedinih faza ispitana je EDS metodom te je EBSD metodom provedena mikrostrukturno – kristalografska analiza faza. TiAlN prevlaka je uz prethodno navedene metode ispitana još i fokusiranim snopom iona (FIB).

Ispitana je otpornost na adhezijsko trošenje određivanjem kritičnih sila metodom rastućeg opterećenja, otpornost na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“, otpornost na mikroabraziju metodom utiskivanja kuglice. Prionjivost prevlake ispitana je brazdanjem, metodom utiskivanja kuglice, Rockwellovom metodom utiskivanja indentora te određivanjem sile probijanja prevlake metodom „kuglica na ploči“.

Provedeno je i ispitivanje obradivosti jednoreznim alatom (alatom s jednom glavnom oštricom) tzv. „machinability test“. Provedeno je pet serija kontinuiranog ispitivanja trošenja tokarenjem te su snimljene krivulje trošenja prekidanjem obrade svake 2min. Promatrani parametar trošenja alata bio je trošenje stražnje površine,  $VB$ , mm, a istrošena površina analizirana je na SEM-u.

Provedena ispitivanja pokazala su da su mikrostrukture dobivene dubokim hlađenjem i nitriranjem utjecale na povećanje otpornosti na trošenje brzoreznog čelika PM S390 MC. Utvrđen je i njihov utjecaj na prionjivost TiAlN prevlake što je rezultiralo povećanjem otpornosti na trošenje uzoraka pri laboratorijskim ispitivanjima, kao i povećanje otpornosti na trošenje reznih pločica pri ispitivanju tokarenjem.

## SUMMARY

---

This doctoral thesis deals with the study of the impact of microstructure on the tribological properties of high speed steel and the cutting tools made of high speed steel coated by TiAlN coating. The tested high speed steel was obtained by the powder metallurgy marked as Böhler PM S390 MC. Different microstructure conditions of this steel were obtained by heat treatment in two ways: conventional (vacuum hardening, three high-temperature temperings) and deep cooling (vacuum hardening, deep cryogenic treatment, high-temperature tempering). In some conditions nitrating in plasma of ionising gases was also carried out. The TiAlN coating was then applied to the surface prepared in this way, by means of the PVD (Physical Vapour Deposition) process.

Detailed characterization of the microstructure was carried out by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE SEM), Transmission Electron Microscope (TEM), X-Ray Diffraction (XRD). Micro analysis of the chemical composition of certain phases was studied by the EDS (Energy Dispersive x-ray Spectroscopy) method, and EBSD (Electron Backscatter Diffraction) method was used to carry out the microstructure–crystallographic analysis of phases. Apart from the previously mentioned methods, the TiAlN coating was studied using the Focused Ion Beam (FIB) as well.

The study also included the resistance to galling by determining the critical forces using the load scanning test, resistance to dry sliding wear using the ball-on-flat method, resistance to micro-abrasion by means of the kalotest method. The coating adhesion was tested by the scratch test, kalotest method, Rockwell indenter method and by determining the coating penetration force using the ball-on-flat method.

The machinability was also tested using single-point cutting tool machinability test. Five series of continuous testing of lathe wear were carried out, and the wear curves were recorded by interrupting the treatment every 2 minutes. The observed tool wear parameter was the wear of the back surface,  $VB$ , mm, and the worn surface was analysed by means of SEM.

The carried out tests showed that the microstructures obtained by deep cooling and nitrating resulted in an increase of wear resistance of high speed steel PM S390 MC. Their influence was also determined regarding the adherability of TiAlN coating which resulted in improved wear resistance of samples in laboratory tests, as well as greater wear resistance of cutting inserts in lathe tests.

## *KLJUČNE RIJEČI*

---

BRZOREZNI ČELIK

REZNI ALATI

OTPORNOST NA TROŠENJE

DUBOKO HLAĐENJE

TiAlN PVD PREVLAKA

## *KEY WORDS*

---

HIGH SPEED STEEL

CUTTING TOOLS

WEAR RESISTANCE

DEEP CRYOGENIC TREATMENT

TiAlN PVD COATING

## POPIS OZNAKA

OZNAKA	OPIS OZNAKE	MJERNA JEDINICA
$d_p$	srednja udaljenost između nerastopljenih eutektičkih karbida	m
$f_{aust}$	volumni udio zaostalog austenita	
$f_c$	volumni udio nerastopljenih karbida	
$\vartheta_a$	temperatura austenitizacije	°C
$a$	amplituda trošenja	mm
$d_p$	dubina rezanja	mm
$c/a$	stupanj tetragonalnosti kristalne rešetke	
$CTE_{0,40}$	indeks učinkovitosti alata s prevlakom	
$d$	unutarnji promjer otiska	$\mu\text{m}$
$D$	vanjski promjer otiska	$\mu\text{m}$
$D_p$	prosječni promjer karbida	m
$E$	modul elastičnosti	$\text{N/mm}^2$
$E_{IT}/(1-\nu_s^2)$	utisni modul elastičnosti	$\text{N/mm}^2$
$f$	frekvencija	Hz
$f_{c \geq a_{crit}}$	kumulativni udio nerastopljenih eutektičkih karbida i/ili nakupina karbida (klastera) koji su veći od kritične vrijednosti promjera karbida $\geq a_{crit}$	
$f_s$	posmak	mm
$F_{max}$	maksimalna sila	kN
$F_N$	normalna sila	N
$h_0$	početna visina	mm
$HM$	Martensova tvrdoća	$\text{N/mm}^2$
$h_{max}$	maksimalna dubina utiskivanja	$\mu\text{m}$
HRC	tvrdoća Rockwell	
$HU_{pl}$	utisna tvrdoća	$\text{N/mm}^2$

$HV$	vickersova tvrdoća	HV
$HV_{pl}$	tvrdoća prema Vickersu obzirom na plastičnu deformaciju	HV
$K$	faktor trošenja	$\text{mm}^3/\text{Nm}$
$KB$	širina kratera	mm
$K_{IC}$	lomna žilavost	$\text{MPa m}^{1/2}$
$KM$	udaljenost središta kratera od oštrice	mm
$KT$	dubina kratera	mm
$L(AE)$	početak akustične emisije	N
$L_{c1}$	kritična sila za pojavu „gallinga“	N
$L_{c2}$	stvaranje debljeg sloja nakon pojave „gallinga“	N
$L_{c3}$	početak delaminacije prevlake	N
$L_{c5}$	sila probijanja prevlake	N
$M_f$	temperatura završetka stvaranja martenzita	$^{\circ}\text{C}$
$M_s$	temperatura početka stvaranja martenzita	$^{\circ}\text{C}$
$N$	broj ciklusa	
$NCTE_{0,40}$	indeks učinkovitosti prevučenih alata	
$n_{IT}$	omjer energije elastične deformacije i energije cjelokupne deformacije	%
$p$	tlak	bar
$p_H$	kontaktni pritisak	GPa
$R$	polumjer kuglice	$\mu\text{m}$
$R_a$	srednja vrijednost hrapavosti	nm
$R_{mt}$	tlačna čvrstoća	$\text{N}/\text{mm}^2$
$R_{pt0.2}$	konvencionalna granica tlačjenja	$\text{N}/\text{mm}^2$
$R_{pt0.5}$	konvencionalna granica tlačjenja	$\text{N}/\text{mm}^2$
$R_{pt1,0}$	konvencionalna granica tlačjenja	$\text{N}/\text{mm}^2$
$s$	prijeđeni put	m
$t$	vrijeme	s
$v$	brzina	m/s
$V$	istrošeni volumen	$\text{mm}^3$
$VB$	širina trošenja na stražnjoj površini	mm
$VB_{max}$	maksimalna širina trošenja na stražnjoj površini	mm

$v_c$	brzina rezanja	m/min
$v_s$	brzina klizanja	m/s
$M^c$	martenzit	
$M^{c''}$	sekundarni martenzit	
$\gamma^z$	zaostali austenit	
$\mu$	faktor trenja	
$\sigma_s$	savojna čvrstoća	N/mm <sup>2</sup>
$\varphi$	gustoća	g/cm <sup>3</sup>
$\Phi h_{max}$		

## POPIS SLIKA

Slika 2.1: Mehanizmi trošenja reznih alata	...6
Slika 2.2: Mehanizmi trošenja reznih alata u ovisnosti o parametrima obrade	...8
Slika 2.3: Karakteristični parametri trošenja rezne oštrice	...9
Slika 2.4: Trošenje alata: a) trošenje stražnje površine $VB$ , b) trošenje vrha alata	...10
Slika 2.5: Trošenje stražnje površine alata, $VB$	...11
Slika 2.6: Krater na prednjoj oštrici alata	...11
Slika 2.7: Naljepak na oštrici alata	...12
Slika 3.1: Svojstva alatnih materijala	...15
Slika 3.2: Prah za proizvodnju brzoreznog čelika Böhler Microclean	...19
Slika 4.1 a) $M_6C$ karbid u brzoreznom čeliku HS11-0-2 + 0,5 Nb, 1240°C/570°C[20]	
b) MC karbid u HS 11-2-2 + 0,6 Ti brzoreznom čeliku 1240°C/540°C[20]	...22
Slika 4.2: TEM slike martenzita i izlučenih precipitata u PM S390 MC brzoreznom čeliku	
a) manje povećanje	
b) veće povećanje	... 24
Slika 4.3: Transformacija zaostalog austenita u martenzit	...25
Slika 4.4: Formiranje $\eta$ -karbida iz martenzita	...26
Slika 4.5: Dijagram preporučenog postupka toplinske obrade koji uključuje i duboko hlađenje	...27
Slika 5.1: Usporedba PVD i CVD postupka nanošenja prevlaka	...31
Slika 5.2: SEM slike mikrostrukture TiN, TiCN i TiAlN prevlake	...32
Slika 5.3: Shematski prikaz tribosustava „osnovni materijal/prevlaka/obradak“	...33
Slika 5.4: Parametri prevlake koji utječu na svojstva prevlake te na svojstva alata	...34
Slika 5.5: Četiri vrste granica između podloge i prevlake: a) oštra granica,	
b) kemijski spoj, c) difuzijska granica, d) mehanički spoj	...35

Slika 5.6: a) SEM slika presjeka 15-slojne TiAlN prevlaka s Ti međuslojevima	
b) SEM slika presjeka 11 – slojne TiAlN prevlake s Cu međuslojevima	...37
Slika 6.1: a) Toplinska obrada uzoraka za analizu mikrostrukture i tribološka ispitivanja	
b) Toplinska obrada uzoraka za load scanning test i tlačnu čvrstoću	...42
Slika 6.2: Dijagram postupka provedene toplinske obrade	...42
Slika 6.3: Mikrostruktura PM S390 MC brzoreznog čelika:	
a) u žarenom stanju manje povećanje	
b) u žarenom stanju veće povećanje	
c) nakon kaljenja (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji N <sub>2</sub> ) manje povećanje	
d) nakon kaljenja (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji N <sub>2</sub> ) veće povećanje	...44
Slika 6.4: Mikrostruktura nakon kaljenje (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji N <sub>2</sub> )	...45
Slika 6.5: Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC nakon provedenih toplinskih obrada	
• kaljeno + 1 popuštanje 520 °C /2h	
• kaljeno + duboko hlađeno -196 °C/24h	...46
Slika 6.6: Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC nakon provedenih toplinskih obrada	
• kaljeno + 3 popuštanja 520/520/490 °C/2h	
• kaljeno + duboko hlađeno -196 °C/24 h + popuštanje 520 °C/2h	...47
Slika 6.7: Uzorci nakon provedenog ionskog nitriranja	...49
Slika 6.8: a) Tvrdća po poprečnom presjeku uzorka P1	
b) Tvrdća po poprečnom presjeku uzorka DH1	...49
Slika 6.9: Smještaj uzoraka tijekom prevlačenja PVD postupkom	...52
Slika 6.10: Mikroskopi: a) FE SEM JEOL JSM – 6500F	
b) TEM JEOL JEM – 2100 Electron microscope	...53
Slika 6.11: Mikrostruktura uzorka P0 a) manje povećanje, b) veće povećanje	...54
Slika 6.12: Mikrostruktura duboko hlađenog uzorka DH0 a) manje povećanje, b) veće povećanje	...56
Slika 6.13: Mikrostruktura difuzijske zone uzorka P1, a) manje povećanje b) veće povećanje	...57
Slika 6.14: Mikrostruktura difuzijske zone uzorka DH1, a) manje povećanje b) veće povećanje	...58



Slika 6.15: TEM fotografije tanke folije uzoraka	
a) P0 manje i veće povećanje	
b) DH0 manje i veće povećanje	...59
Slika 6.16: Ispitna mjesta na kojima je provedena EDS analiza	...60
Slika 6.17: EDS spektar prvog ispitnog mjesta	...61
Slika 6.18: EDS spektar drugog ispitnog mjesta	...61
Slika 6.19: EDS spektar trećeg ispitnog mjesta	...61
Slika 6.20: EDS spektar četvrtog ispitnog mjesta	...62
Slika 6.21: FE SEM slika poliranog uzorka P0 pod kutom od 70°	...63
Slika 6.22: Fazna analiza EBSD metodom:	
a) uklonska slika uzorka P0, b) analiza faza uzorka P0,	
c) uklonska slika uzorka DH0, d) analiza faza uzorka DH0	...64
Slika 6.23: Ispitna mjesta analize mikrostrukturnih faza EBSD metodom	...65
Slika 6.24: Prvo mjesto analize, Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C: a) EBSD slika, b) indeksirana EBSD slika Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C	...65
Slika 6.25: Četvrto mjesto analize, VC: a) EBSD slika, b) indeksirana EBSD slika VC	...66
Slika 6.26: Peto mjesto analize, martenzit: a) EBSD slika,	
b) indeksirana EBSD slika martenzita	...66
Slika 6.27: Orijentacija kristalnih zrna na promatranim ispitnim mjestima:	
a) prvo mjesto analize Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C, b) četvrto mjesto analize VC,	
c) peto mjesto analize Fe	...67
Slika 6.28: Rendgenogram uzorka stanja P0 s markiranim pikovima Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C, VC i α – Fe	...68
Slika 6.29: Rendgenogram uzorka stanja DH0 s markiranim pikovima Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C, VC i α – Fe	...68
Slika 6.30: Usporedni dijagrami XRD analize provedena na uzorcima stanja	...69
Slika 6.31: AFM slika uzoraka a) P0, b) DH0	...70
Slika 6.32: AFM slika uzoraka a) P1 b) DH1	...71
Slika 6.33: SEM slika mikrostrukture poliranih uzoraka: a) stanje P0, b) stanje DH0	...73

Slika 6.34: a) Univerzalni ispitni uređaj Instron 1255 b) Detalj sa slike a)	...74
Slika 6.35: Ispitni uzorci nakon ispitivanja tlačne čvrstoće a) stanje P0, b) stanje DH0	...75
Slika 6.36: Dijagram naprezanje – deformacija za uzorke P0 i DH0	...75
Slika 6.37: Uzorci P0 i DH0 a) tlačna čvrstoća, b) konvencionalna granica stlačivanja	...76
Slika 6.38: Uređaj za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem	...77
Slika 6.39: Shematski prikaz „load scanning testa“ za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem	...78
Slika 6.40: Rezultati ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „load scanning test“ : a) uzorci DH0 i P0 b) uzorci DH1 i P1	...79
Slika 6.41: Početak adhezijskog trošenja, $L_{c1}$ : a) uzorak P0, b) uzorak DH1	...79
Slika 6.42: Stvaranje debljeg sloja, $L_{c2}$ : a) uzorak P0, b) uzorak P1	...80
Slika 6.43: Prosječan faktor trenja utvrđen je pri ispitivanju otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „load scanning test“	...80
Slika 6.44: Shematski prikaz uređaja za ispitivanje trošenja metodom „kuglica na ploči“	...81
Slika 6.45: Rezultati ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“ a) istrošeni volumen $V$ , $\text{mm}^3$ , b) faktor trošenja $K$ , $\text{mm}^3/\text{Nm}$	...83
Slika 6.46: Prosječan faktor trenja pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“	...83
Slika 6.47: Kemijski sastav TiAlN prevlake: a) stanje P2, b) stanje DH2	...85
Slika 6.48: Kemijski sastav TiAlN prevlake: a) stanje P3, b) stanje DH3	...86
Slika 6.49: Shematski prikaz stupičaste (a) i fino-zrnate (b) mikrostrukture prevlake	...87
Slika 6.50: Poprečni prijelom uzorka	...88
Slika 6.51: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka P2: a) manje povećanje, b) veće povećanje	...89

Slika 6.52: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka P3: a) manje povećanje, b) veće povećanje	...90
Slika 6.53: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka DH2: a) manje povećanje, b) veće povećanje	...91
Slika 6.54: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka DH3: a) manje povećanje, b) veće povećanje	...92
Slika 6.55: Krater u uzorku P2 napravljen fokusiranim snopom iona	...93
Slika 6.56: FIB slika a) uzorak P2, b) uzorak DH2	...94
Slika 6.57: FIB slika TiAlN prevlake a) uzorak P2, b) uzorak DH2	...94
Slika 6.58: FIB slika brzoreznog čelika PM S390 MC a) uzorak P2, b) uzorak DH2	...94
Slika 6.59: Rendgenogram stanja P2	...95
Slika 6.60: Rendgenogram stanja DH2	...96
Slika 6.61: Usporedni rendgenogrami stanja P2, DH2, P3 i DH3	...96
Slika 6.62: AFM slike uzoraka a) P2, b) DH2	...97
Slika 6.63: AFM slike uzoraka a) P3, b) DH3	...98
Slika 6.64: Metoda utiskivanja kuglice a) smještaj uzorka u uređaj b) princip ispitivanja	...99
Slika 6.65: Kriteriji za procjenu adhezivnosti prevlake metodom utiskivanja kuglice	.100
Slika 6.66: Tragovi trošenja na ispitnim uzorcima: a) P2, b) P3, c) DH2, d) DH3	.101
Slika 6.67: Krivulja sila – dubina utiskivanja indentora, $F(h)$	.103
Slika 6.68: Vickers nanotvrdomjer, Fisherscope H100C	.104
Slika 6.69: Krivulje sila – dubina utiskivanja za uzorak DH3 pri opterećenju 50mN	.104
Slika 6.70: Vrijednosti mikrotvrdoće i dubine utiskivanja: a) P2, b) P3, c) DH2, d) DH3	.106
Slika 6.71: Uzorak za laboratorijska ispitivanja s tragovima trošenja	.107
Slika 6.72: Shematski prikaz ispitivanja prionjivosti prevlake brazdanjem	.108

Slika 6.73: Trag trošenja pri ispitivanju brazdanjem	
a) početak delaminacije i kritična sila $L_{C3}$	
b) delaminacija prevlake i poprečne pukotine	.108
Slika 6.74: Snimljeni dijagram pri ispitivanju prionjivosti prevlake brazdanjem na uzorku DH3	.109
Slika 6.75: Kritične sile pri ispitivanju brazdanjem a) sila $L(AE)$ , početak akustične emisije	
b) sila probijanja prevlake $L_{C5}$	.110
Slika 6.76: Kritične sile pri ispitivanju prionjivosti TiAlN prevlake na brzoreznom čeliku	
PM S390 MC brazdanjem	.110
Slika 6.77: Četiri razreda prionjivosti prevlake izmjerene HRC metodom:	
a) razred 0, b) razred 1, c) razred 2, d) razred 3	.111
Slika 6.78: Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlake Rockwellovom metodom:	
a) uzorak P2, b) uzorak P3, c) uzorak DH2, d) uzorak DH3	.112
Slika 6.79: Sila probijanja prevlake ispitana metodom „kuglica na ploči“	.113
Slika 6.80: Broj ciklusa do probijanja prevlake pri kuglica na ploči ispitivanju otpornosti	
na trošenje	.115
Slika 6.81: Prosječni faktor trenja pri ispitivanju „kuglica na ploči“: a) prevlake,	
b) nakon probijanja prevlake	.115
Slika 6.82: Rezultati ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“ na uzorcima s prevlakama:	
a) Istrošeni volumen, $\text{mm}^3$ , b) Faktor trošenja, $\text{mm}^3/\text{Nm}$	.116
Slika 6.83: Tragovi trošenja nakon mikroabrazijskog ispitivanja kalotestom: a) P2, b) P3,	
c) DH2, d) DH3	.117
Slika 6.84: Volumen kratera nakon ispitivanja mikroabrazijskog trošenja	.118
Slika 6.85: Trodimenzionalni prikaz traga trošenja i topografija nakon mikroabrazijskog ispitivanja	
kalotestom a) i b) uzorak P2, c) i d) uzorak DH2	.119

Slika 6.86: Trodimenzionalni prikaz traga trošenja i topografija nakon mikroabrazijskog ispitivanja kalotestom a) i b) uzorak P3 c) i d) uzorak DH3	.120
Slika 6.87: Pločica CNMA 120408	.121
Slika 6.88: Tokarski obradni centar SBL 500	.122
Slika 6.89: a) Obradak i alat u tokarskom stroju b) Detalj zahvata	.123
Slika 6.90: Rezna oštrica od brzoreznog čelika PM S390 MC nakon ispitivanja trošenja a) trošenje rezne oštrice, b) izmjereni parametri trošenja na reznoj oštrici	.124
Slika 6.91: Rezne oštrice CNMA 120408: a) nova pločica stanja DH2 b) istrošena pločica stanja DH0	.125
Slika 6.92: Rezultati ispitivanja trošenja: a) prosječno vrijeme u obradi koje su pločice bez prevlake izdržale pri kontinuiranom rezanju u vremenu $t = 15$ min b) trošenje stražnje površine pločica bez prevlake pri kontinuiranom rezanju u vremenu $t = 15$ min	.125
Slika 6.93: Rezultati ispitivanja trošenja: a) prosječno vrijeme u obradi koje su pločice s prevlakom izdržale pri kontinuiranom rezanju u vremenu $t = 15$ min b) trošenje stražnje površine pločica s prevlakom pri kontinuiranom rezanju u vremenu $t = 15$ min	.126
Slika 6.94: SEM slike trošenja alata stanja DH0 pri snimanju krivulje trošenja nakon a) 2 min, b) 4 min, c) 6 min	.127
Slika 6.95: Krivulje trošenja a) alati bez prevlake, b) alati s prevlakom	.128
Slika 6.96: SEM fotografije trošenja stražnje površine ispitivanih reznih pločica a) P2 – 2 min, b) P2 – 14 min, c) DH2 – 2 min, d) DH2 – 14min	.129
Slika 6.97: SEM fotografije trošenja stražnje površine ispitivanih reznih pločica a) P3 – 2 min, b) P3 – 14 min c) DH3 – 2 min, d) DH3 – 14min	.130

Slika 6.98: SEM fotografije trošenja prednje površine ispitivanih reznih pločica	
a) P2 – 14 min, b) DH2 – 14 min c) P3 – 14 min, d) DH3 – 14 min	.131
Slika 7.1: Usporedni spektri XRD analize na uzorcima P0, DH0, P1, DH1	.137
Slika 7.2: Indeksirana EBSD slika $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ karbidaF: a) uzorak P0, b) uzorak DH0	.138
Slika 7.3: Indeksirana EBSD slika VC karbidaF: a) uzorak P0, b) uzorak DH0	.139
Slika 7.4: Usporedni spektri XRD analize na uzorcima P2, DH2, P3, DH3	.142

## POPIS TABLICA

Tablica 3.1: Svojstva alatnih materijala	...16
Tablica 6.1: Kemijski sastav ispitivanog čelika PM S390 MC (Böhler)	...40
Tablica 6.2: Podjela uzoraka prema stanjima provedene toplinske obrade	...40
Tablica 6.3: Pregled planiranih ispitivanja za uzorke obrađene uobičajenom toplinskom obradom	...41
Tablica 6.4: Pregled planiranih ispitivanja za duboko hladene uzorke	...41
Tablica 6.5: Izmjerene vrijednosti tvrdoće u pojedinim fazama toplinske obrade	...43
Tablica 6.6: Vrijednosti ispitane tvrdoće jezgre nakon nitriranja	...49
Tablica 6.7: Svojstva TiAlN prema Balzers-u	...50
Tablica 6.8: Kemijski sastav dobiven EDS analizom na prikazanim ispitnim mjestima	...60
Tablica 6.9: Rezultati kvantitativne metalografske analize za stanje DH0	...73
Tablica 6.10: Rezultati kvantitativne metalografske analize za stanje P0	...73
Tablica 6.11: Vrijednosti lomne žilavosti	...74
Tablica 6.12: Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće na uzorcima stanja P0	...76
Tablica 6.13: Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće na uzorcima stanja DH0	...76
Tablica 6.14: Kritične sile određene pomoću mikroskopa	...79
Tablica 6.15: Kritične sile određene iz dijagrama faktora trenja	...79
Tablica 6.16: Gubitak volumena (istrošeni volumen) pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“	...82
Tablica 6.17: Faktor trošenja određen pri ispitivanju metodom „kuglica na ploči“	...83
Tablica 6.18: Debljina TiAlN prevlake na uzorcima za laboratorijska ispitivanja	.101
Tablica 6.19: Debljina TiAlN prevlake na prednjoj površini reznih pločica	.101
Tablica 6.20: Debljina TiAlN prevlake na stražnjoj površini reznih pločica	.102

Tablica 6.21: Izmjerene prosječne vrijednosti tvrdoće i utisnog modula elastičnosti TiAlN prevlake s opterećenjem 50 mN	.105
Tablica 6.22: Prosječne vrijednosti tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja pri različitim opterećenjima	.106
Tablica 6.23: Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima stanja P2 i DH2	.109
Tablica 6.24: Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima stanja P3 i DH3	.109
Tablica 6.25: Rezultati ispitivanja sile probijanja prevlake metodom „kuglica na ploči“	.113
Tablica 6.26: Istrošeni volumen uzoraka s prevlakom nakon ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“	.115
Tablica 6.27: Faktor trošenja određen ispitivanjem metodom „kuglica na ploči“ na uzorcima s prevlakom	.116
Tablica 6.28: Volumen trošenja nakon ispitivanja mikroabrazijskog trošenja	.118
Tablica 6.29: Dimenzije reznih pločica	.121
Tablica 6.30: Kemijski sastav čelika X210Cr12 (K 100)	.123
Tablica 6.31: Parametri obrade pri ispitivanju rezanja	.123
Tablica 6.32: Vrijeme trajanja alata pri kontinuiranom ispitivanju trošenja rezanjem do $t_{max} = 15$ min	.126
Tablica 6.33: Trošenje stražnje površine alata pri kontinuiranom ispitivanju trošenja rezanjem u trajanju $t = 15$ min	.126
Tablica 6.34: Vrijednosti trošenja stražnje površine $VB$ , mm snimanih svake 2 min	.127
Tablica 6.35: $NCTE_{0,40}$ – indeks	.132



## 1. UVOD

---

Oblikovanje metalnih i drugih materijala rezanjem još uvijek je najzastupljeniji postupak oblikovanja u proizvodnji strojarskih dijelova. Iako se stalno razvijaju nove metode oblikovanja i proizvodnje, obrada odvajanjem čestica ostat će glavni postupak oblikovanja i u bliskoj budućnosti.

Obrada odvajanjem čestica sastoji se od različitih postupaka kojima se od početnog volumena materijala obratka odstranjuje određena količina materijala u obliku odvojenih čestica u svrhu postizanja konačnog oblika gotovog izratka. Obrada odvajanjem čestica u užem smislu naziva se obrada rezanjem i izvodi se reznim alatima. Rezni alati su sredstva koja ulaze u direktan dodir s materijalom kojeg oblikuju i utječu na njegov konačni oblik. Rezni alati mogu se podijeliti na:

- Alate s definiranom geometrijom oštrice (za tokarenje, glodanje, bušenje, upuštanje, blanjanje, provlačenje)
- Alate s nedefiniranom geometrijom oštrice (za brušenje, superfiniš, honanje, lepanje).

Svaki rezni alat za obradu odvajanjem čestica treba ispuniti dva osnovna zahtjeva:

- Treba odvojiti što veću količinu materijala obratka u jedinici vremena
- Treba osigurati potrebne dimenzije i odgovarajuću geometrijsku točnost obratka, uz traženu kvalitetu obrađene površine i minimalne troškove obrade [1].

Iako su troškovi koji otpadaju na komercijalne rezne alate relativno mali, rezni alati imaju značajan utjecaj na produktivnost i ukupne troškove proizvodnje. Na parametre obrade više utječu tribološka svojstva reznog alata nego karakteristike obradnog stroja. Količina odvojenog materijala u jednom prolazu određena je tribološkim faktorima rezne oštrice koji određuju i brzinu odvajanja materijala. Uslijed istrošenja reznog alata dolazi do prekidanja obrade radi izmjene alata, a što predstavlja značajan udio u ukupnim troškovima proizvodnje.

Poboljšanje svojstava reznih alata sa ciljem smanjenja trošenja, manjeg trenja i produljenja vijeka trajanja alata postignuto je nanošenjem tankih tvrdih prevlaka na njihovu površinu. Tanke površinske prevlake do sada imaju komercijalno najuspješniju tribološku primjenu upravo na reznim alatima.

Uporaba površinskih prevlaka i oplemenjivanje površinskih slojeva otvara nove mogućnosti prilikom odabira materijala za pojedine zahtjeve jer specifična zahtijevana svojstva mogu biti

koncentrirana upravo tamo gdje su najpotrebnija. Osnovni materijal preuzima zahtjeve za čvrstoćom i žilavosti konstrukcije dok prevlaka preuzima zahtjeve otpornosti na trošenje, toplinska opterećenja i zaštitu od korozije. Osnovni problem pri odabiru odgovarajuće prevlake jest velik broj željenih svojstava kao što su dobra adhezija (prionjivost) na dodirnoj površini prevlake i osnovnog materijala bez interakcije površine i prevlake, ili visoka tvrdoća i žilavost prevlake; a što u većini slučajeva nije moguće istovremeno zadovoljiti. Povećanje tvrdoće i čvrstoće obično rezultira smanjenjem žilavosti i prionjivosti. Zbog toga se cijeli sustav modificirane površine sa svojim svojstvima i funkcionalnim parametrima može smatrati kompozitnim sustavom optimiranim za postizanje traženih svojstava.

Da bi zadovoljio tražena svojstva materijal prevlake mora imati nisku adheziju prema materijalu obratka, ali visoku prema osnovnom materijalu alata, dobru otpornost na abrazijsko trošenje, visoku kemijsku postojanost i visoku tvrdoću. Zbog visoke tvrdoće prevlake smanjuje se trošenje abrazijom, a zbog njene kemijske stabilnosti manje je trošenje difuzijom. Nadalje uporabom prevlake smanjuje se trenje što rezultira manjom razvijenom toplinom, manjim silama rezanja te smanjenjem adhezije između alata i obratka [2].

## 1.1 HIPOTEZA RADA

Dosadašnja istraživanja pokazala su da odlučujuću važnost za učinkovitost tribosustava «osnovni materijal /prevlaka /obradak» ima tzv. adhezijska veza tj. zona između prevlake i osnovnog materijala. Kvaliteta adhezijske veze direktno utječe na učinkovitost tvrde prevlake u kontaktu s materijalom obratka [3].

Primjena dubokog hlađenja nakon kaljenja, a prije popuštanja pokazala je povišenje otpornosti na trošenje te dimenzijsku postojanost alata izrađenih od brzoreznih čelika. Osim eliminacije zaostalog austenita primjenom dubokog hlađenja prije popuštanja dolazi i do izlučivanja nanometarskih  $\eta$ -karbida po čitavom volumenu alata. Poboljšanjem svojstava osnovnog materijala tj. podloge, promjenom mikrostrukture, utječe se na kvalitetu adhezijske veze podloge i prevlake što bi moglo rezultirati njezinim boljim ponašanjem u kontaktu s obratkom, a time i povećanom trajnosti reznih alata.

*Cilj ovog rada stoga je pokazati da će primjena dubokog hlađenja u toplinskoj obradi i nitriranje prije nanošenja prevlake utjecati na poboljšanje adhezijske veze prevlake TiAlN i brzoreznog čelika. To će rezultirati poboljšanjem svojstava, a time i boljom otpornosti na trošenje alata.*

Pretpostavljene su slijedeće **hipoteze**:

- *poboljšanjem svojstava osnovnog materijala alata promjenom mikrostrukture moguće je povećati otpornost na trošenje alata,*
- *primjenom dubokog hlađenja i nitriranja prije prevlačenja moguće je povećati otpornost na trošenje reznih alata od brzoreznih čelika.*

## 1.2 PODRUČJE I CILJEVI ISTRAŽIVANJA

Prema postavljenoj hipotezi u radu je trebalo istražiti utjecaj promjene mikrostrukture brzoreznog čelika tj. podloge dubokim hlađenjem i naknadnim nitriranjem, na ponašanje prevučenog reznog alata u kontaktu s materijalom obratka.

Jedno od prvih istraživanja utjecaja pothlađivanja (eng. cold treatment) na temperaturama od cca  $-80^{\circ}\text{C}$  i dubokog hlađenja (eng. deep cryogenic treatment) pri temperaturi od  $-196^{\circ}\text{C}$  na različite vrste čelika proveo je Barron [4]. Rezultati su pokazali povećanje otpornosti na trošenje 200 - 800% ovisno o vrsti čelika. Od tada je provedeno više različitih istraživanja utjecaja dubokog hlađenja na povećanje otpornosti na trošenje alatnih i brzoreznih čelika te o mogućim mehanizmima koji uzrokuju to povećanje. Sva istraživanja provedena su različitim parametrima i kombinacijama toplinskih obrada i dubokog hlađenja ali su dala podjednake zaključke. Više ispitivanja [5-8] na AISI M2 čeliku pokazala su povećanje otpornosti na trošenje primjenom dubokog hlađenja uslijed formiranja i povećanja udjela karbida. Leskovšek i sur. [6,7] pokazali su značajan utjecaj DH na povećanje otpornosti na trošenje vakuumski obrađenog AISI M2 brzoreznog čelika uslijed promjene tvrdoće i žilavosti s time da je istraživanje pokazalo da veći utjecaj ima povećanje lomne žilavosti nego tvrdoća. Firouzdor i sur. [8] ispitivanjem na svrdlima od AISI M2 brzoreznog čelika pokazali su da dubokog hlađenja smanjuje mehanizam difuzijskog trošenja koji je jedan od četiri dominantna mehanizma trošenja kod reznih alata. Zhirafar i sur. [9] ispitivali su mehanička svojstva i mikrostrukturu čelika AISI 4340 nakon dubokog hlađenja. Prema rezultatima neutronske difrakcije ključni faktori za povećanje tvrdoće i dinamičke izdržljivosti bili su transformacija zaostalog austenita u martenzit te formiranje karbida tijekom popuštanja. Yang i sur. [10] istražili su utjecaj dubokog hlađenja na strukturu matrice i abrazijsko trošenje lijeva 13Cr2Mn2V podvrgnutom destabilizacijskom žarenju. Pokazali su da tijekom dubokog hlađenja dolazi do precipitacije sekundarnih karbida u austenitnoj matrici što potpomaže transformaciju zaostalog austenita u

martenzit i time se povećava tvrdoća te otpornost na trošenje legure. Vlastita istraživanja na brzoreznom čeliku PM S390MC provedena na FSB-u [11] pokazala su da duboko hlađenje ne utječe značajno na povećanje tvrdoće, ali utječe na povećanje otpornosti na erozijsko trošenje. Još jedna od prednosti dubokog hlađenja je što su bolja svojstva podjednako raspoređena po čitavom presjeku čelika/alata čime se alat može nakon istrošenja ponovno brusiti i upotrijebiti bez promjene svojstava [12]. Mohan Lal i sur. [12] su na čelike AISI M2, T1 i D3 primijenili duboko hlađenje prije nanošenja TiN prevlake. Ispitivanjem trošenja stražnje površine alata kod tokarenja bolju otpornost na trošenje pokazali su već samo duboko hlađeni alati u odnosu na alate s TiN prevlakom. Alati koji su bili i duboko hlađeni i prevučeni TiN pokazali su značajno povećanje otpornosti na trošenje u odnosu na prethodna dva slučaja.

Iz pregledane literature vidljivo je da je do sada uglavnom istraživani utjecaj dubokog hlađenja na rezne alate od alatnih i brzoreznih čelika koji nisu prevučeni nikakvom prevlakom. Vrlo oskudna ispitivanja upućuju da bi primjena dubokog hlađenja sa i bez nitriranja prije nanošenja prevlake mogla utjecati na povećanje otpornosti na trošenje i takvih alata. U cilju ispitivanja te mogućnosti u sklopu ovog rada napraviti će se i ispitivanje trošenja jednoreznim alatima („single point cutting tool machinability test“ ili „turning test“) kojim će se promatrati alat s prevlakom u realnom zahvatu obrade odvajanjem čestica. Cilj ispitivanja rezanja je promatranje ponašanja reznog alata u realnim uvjetima trošenja. Na temelju laboratorijskih ispitivanja koja se provode u kontroliranim uvjetima nije moguće dati realan zaključak o ponašanju materijala pri istovremenom djelovanju više različitih mehanizama trošenja.

Kako bi se što bolje objasnio utjecaj različite podloge na prionjivost i svojstva prevlake te na ponašanje cijelog tribosustava u predviđenom ispitivanju rezanja odabrana je dobro poznata i vrlo često korištena TiAlN prevlaka nanosena PVD postupkom. Brzorezni čelik korišten u ovom istraživanju jest PM S390 MC tvrtke Böhler proizveden metalurgijom praha.

Do sada nisu provedena detaljnija istraživanja utjecaja dubokog hlađenja na brzorezne čelike dobivene metalurgijom praha niti na rezne alate od tih čelika prevučene PVD prevlakama. Nisu detaljnije ispitivani ni utjecaji primjene dupleks postupka nitriranja i PVD nanošenja na takve čelike sa i bez primjene dubokog hlađenja. Cilj ovog ispitivanja biti će također i pokušaj razjašnjenja mehanizama poboljšanja otpornosti na trošenje tih brzoreznih čelika primjenom dubokog hlađenja.

## 2. MEHANIZMI TROŠENJA REZNIH ALATA

Uvjeti kojima su podvrgnuti rezni alati tijekom obrade vrlo su raznoliki i ovise o vrsti obrade, uvjetima rezanja i materijalu obratka. Tokarenje, glodanje, bušenje, rezanje, razvrtanje, blanjanje i mnoge druge obrade postavljaju vrlo različite uvjete na alate, ali imaju i određenih zajedničkih obilježja. U svim obradama rezanja metala sloj materijala se odnosi s površine obratka pomoću alata u obliku klina. Zbog asimetričnog gibanja rezne oštrice u odnosu na obradak, odstranjeni materijal obratka, koji se naziva odvojena čestica (strugotina), giba se preko prednje površine alata u obliku kontinuirane trake ili malih komadića. Debljina odnesenog sloja u jednom prolazu može varirati u vrlo širokom rasponu [1], a količina odnesenog materijala uglavnom ovisi o posmaku i brzini rezanja. Vrlo važan parametar također je i vrijeme rezanja, tj. vrijeme u kojem je bilo koji dio oštrice alata u dodiru s obratkom, a što može biti kontinuirano ili periodičko, ovisno o samoj obradi (tokarenje, bušenje, glodanje). Kao posljedica svih opterećenja kojima je alat izložen tijekom procesa rezanja javlja se trošenje oštrice reznog alata.

Prilikom rezanja alat je prisiljen na gibanje kroz materijal obratka odvajajući pri tome česticu s njegove površine. Tribološki uvjeti koji nastaju pri dodiru te dvije površine koje se međusobno gibaju vrlo su zahtjevni. Temperatura koja se razvija na dodirnoj površini pri obradi čelika može iznositi od 900° do 1300°C. Prema [2] 80% topline koja se razvija u kontaktu alat-obradak nastaje od mehaničke deformacije odvojene čestice, 18% uslijed trenja odvojene čestice i prednje površine alata, a samo 2% nastaje na samoj reznoj oštici. Iz sustava se oko 75% topline odvodi preko odvojene čestice, 5% preko obratka, a 20% prelazi na alat uz napomenu da se te vrijednosti mijenjaju ovisno o uvjetima obrade, a najviše o brzini.

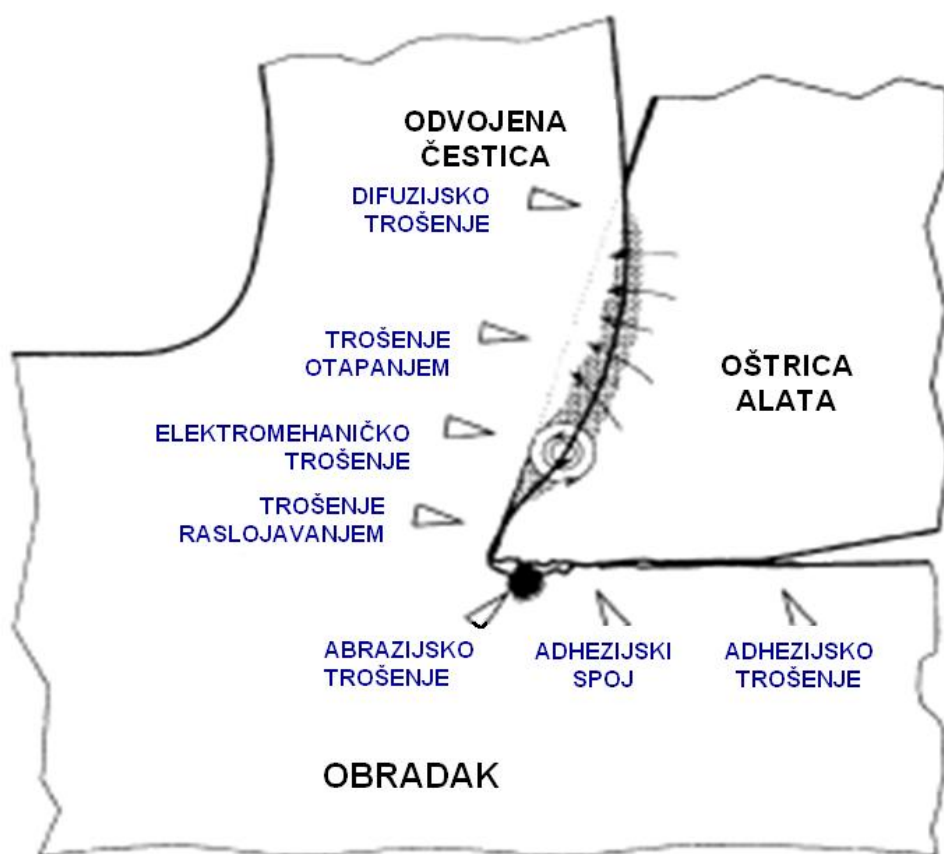
Općenito se uzima da se pri obradi odvajanjem čestica pojavljuju četiri osnovna mehanizma trošenja reznih alata[2] (slika 2.1):

- **Abrazijsko trošenje**
- **Adhezijsko trošenje**
- **Trošenje raslojavanjem** (delaminacijsko trošenje)
- **Trošenje uslijed kemijske nestabilnosti** - koje uključuje difuzijsko trošenje, trošenje otapanjem i elektrokemijsko trošenje.

➤ **Abrazijsko trošenje površine alata** uzrokovano je djelovanjem tvrdih čestica iz materijala obratka. Njihov utjecaj na trošenje alata može se teorijski objasniti preko tri modela abrazije, a to su mikrobrazdanje, mikrorezanje i mikroodnošenje [13].

U različitim materijalima koji se obrađuju npr. lijevovima i čelicima, nalaze se mikrostrukturne faze čija je tvrdoća znatno veća od tvrdoće obratka. Te faze su uobičajeno različiti karbidi ili oksidi, ali mogu biti i različiti silikati. Također, abrazijsko trošenje može nastati i zbog otkinutih čestica naljepka koji nastaje na samom alatu.

Općenito, smatra se da abrazijsko trošenje najznačajnije utječe na trošenje stražnje površine alata. Najveći utjecaj na smanjenje abrazijskog trošenja alata ima površinska tvrdoća alata [14].



Slika 2.1: Mehanizmi trošenja reznih alata [2]

➤ **Adhezijsko trošenje alata** nastaje uslijed formiranja mikro-zavarenih spojeva između odvojene čestice i površina alata, te njihovog raskidanja uslijed smičnih naprezanja. Pri tome dolazi do otkidanja komadića materijala alata koji su spojeni s odvojenom česticom ili s materijalom obratka. Ovaj mehanizam trošenja alata može se pojaviti na stražnjoj površini alata pri malim brzinama rezanja kada ne dolazi do razvijanja visokih temperatura [2, 14].

➤ **Trošenje raslojavanjem ili delaminacijsko trošenje alata** nastaje uslijed plastične deformacije površine koja dovodi do stvaranja pukotina ispod površine, njihove propagacije te oslobađanja sitnih čestica s površine alata. Ovaj mehanizam trošenja zapažen je kod alata od brzoreznih čelika kod kojih može doći do popuštanja tijekom obrade [14].

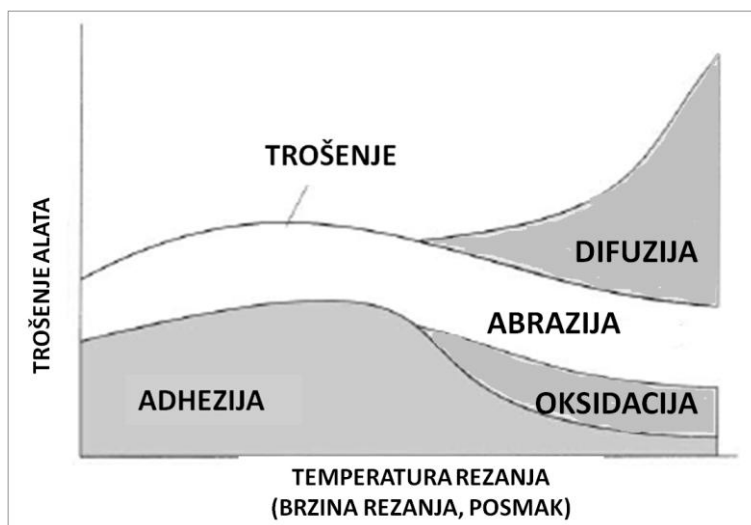
➤ **Trošenje alata uslijed kemijske nestabilnosti** vrlo je važan oblik trošenja kod obrade metala zbog razvijanja visokih temperatura na kontaktnim površinama alata i obratka. Ono uključuje difuzijsko trošenje, trošenje otapanjem i elektrokemijsko trošenje.

Otopljeni materijal može biti iznesen iz sustava difuzijom s dodirne površine alat-obradak, konvekcijom uslijed prelaska odvojene čestice preko dodirne površine alat-obradak i u obliku odlomljenih čestica trošenja uslijed stvaranja pod površinskih pukotina ispod otopljenog sloja.

- **Difuzijsko trošenje** karakterizira gubitak materijala uslijed difuzije atoma materijala alata u obradak koji se giba preko njega. Da bi moglo doći do difuzijskog trošenja mora doći do metalurškog spajanja dviju površina uslijed čega se atomi mogu slobodno gibati unutar sučelja. Temperatura mora biti dovoljno visoka da bi brzina difuzije bila dovoljno velika i mora postojati sklonost otapanju pojedinih faza materijala alata u materijal obratka. Temperatura i protok materijala obratka neposredno uz površinu dva su glavna parametra koja utječu na difuzijsko trošenje.
- **Trošenje otapanjem** nastaje uslijed otapanja materijala alata u odvojenu česticu pri velikim brzinama rezanja
- **Elektrokemijsko trošenje** nastaje uslijed stvaranja termo električnih elektromagnetskih sila na spoju odvojene čestice i alata što uzrokuje protok

električne struje, a uslijed čega dolazi do prelaska iona s površine alata na materijal obratka. Termo električne struje nastaju na mjestu kontakta kratera na alatu i odvojene čestice te stražnje površine i obratka i njihova jakost je izmjerena do 5A s alatom koji je negativnog polariteta [1].

Slika 2.2 prikazuje različite mehanizme trošenja koji nastaju pri različitim temperaturama rezanja ovisno o brzini rezanja i posmaku. Vidljivo je da abrazijsko trošenje nastaje pri svim uvjetima i parametrima obrade i to u jednolikom udjelu dok adhezijsko trošenje nastaje uglavnom pri niskim temperaturama i malim brzinama rezanja. Trošenje uslijed kemijske nestabilnosti koje uključuje pojave kao što su difuzija i oksidacija nastaje pri velikim brzinama rezanja.

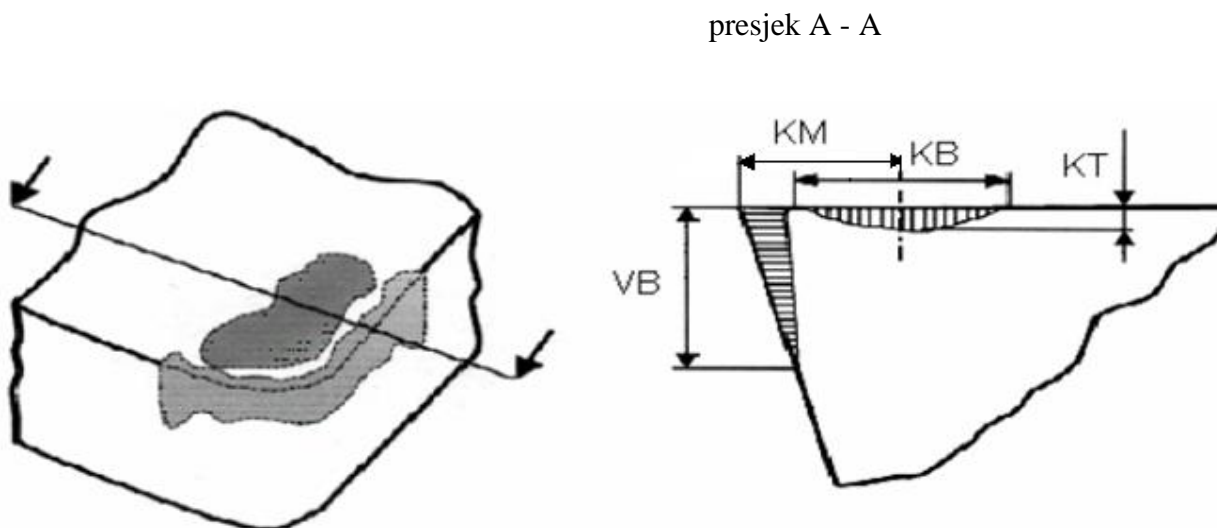


Slika 2.2: Mehanizmi trošenja reznih alata u ovisnosti o parametrima obrade[2]



## 2.2 TROŠENJE REZNIH ALATA

Trošenje alata je nepoželjan i nepovratan proces pri čemu se smanjuju njegova rezna svojstva. Alat se pri obradi troši različitim mehanizmima trošenja, a dopuštena vrijednost istrošenja reznog alata ovisi uglavnom o: tolerancijama obrađene površine, hrapavosti, čvrstoći rezne oštrice te zahtijevanoj učinkovitosti i proizvodnosti postupka obrade odvajanjem. Da bi obrada bila učinkovita alati moraju imati vrlo precizan oblik i dimenzije, a trajanje alata određeno je najmanjom promjenom oblika rezne oštrice. Do potpunog istrošenja dolazi kada dođe do loma dijela oštrice, ali u praksi zamjena alata se izvodi prije nego dođe do loma. Kraj radnog vijeka alata određuje se promatranjem određenih pojava. To može uključivati promjenu zvuka stroja pri obradi, promjenu u izgledu površine obratka ili oblika odvojene čestice ili opažanje promjene oblika same rezne oštrice alata, te mjerenjem određenih veličina koje se nazivaju parametri trošenja. To su jednodimenzijske ( $VB$ ,  $VB_{max}$ ,  $KT$ ,  $KM$ ,  $KB$ ) ili dvodimenzijske veličine ( $A_{istroš}$  - površina istrošenja stražnje površine rezne oštrice) slika 2.3.



**$VB$**  – širina trošenja na stražnjoj površini

**$KT$**  – dubina kratera

**$KM$**  – udaljenost središta kratera od oštrice

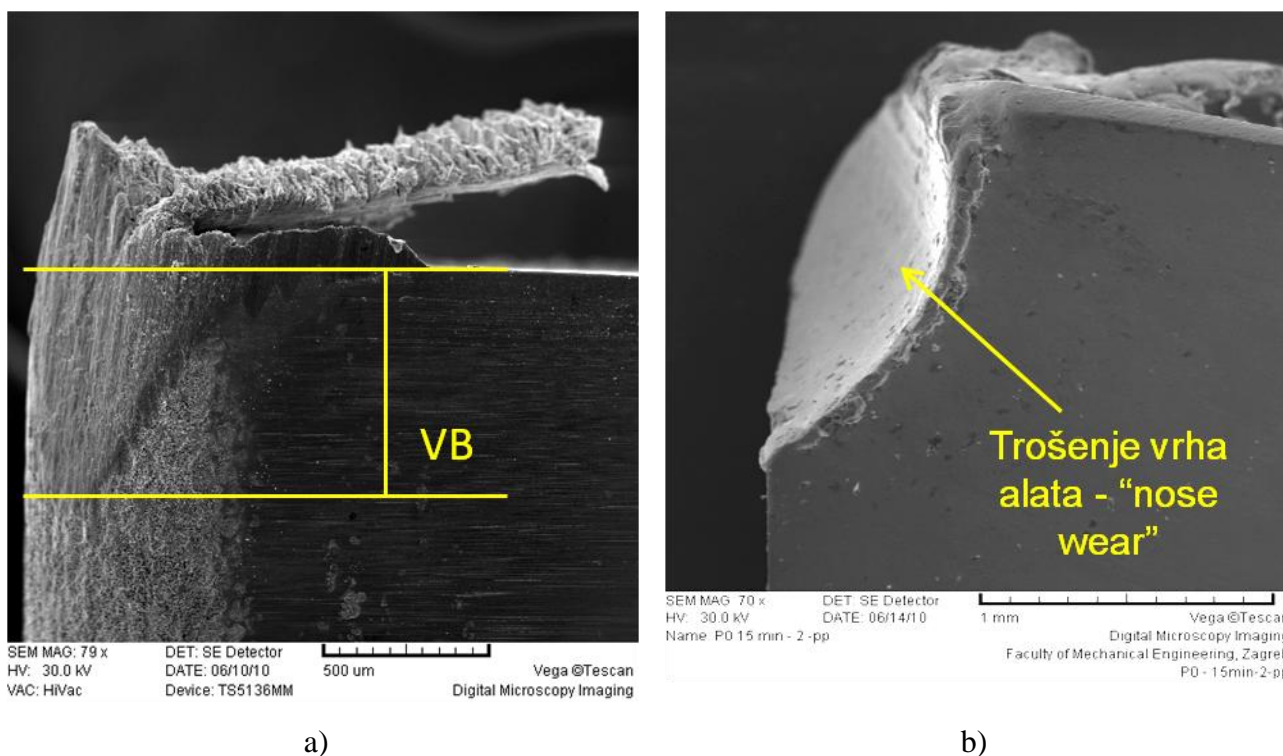
**$KB$**  – širina kratera

Slika 2.3: Karakteristični parametri trošenja rezne oštrice [15]

Trošenje na stražnjoj površini i trošenje stvaranjem kratera na prednjoj površini alata najčešći su oblici trošenja koji se pojavljuju na samom alatu kao rezultat djelovanja mehanizama trošenja. Osim navedenih oblika trošenja na alatu se pojavljuju još dva: stvaranje naljepka i trošenje vrha alata („nose wear“).

### 2.1.1 Oblici trošenja rezne oštrice alata

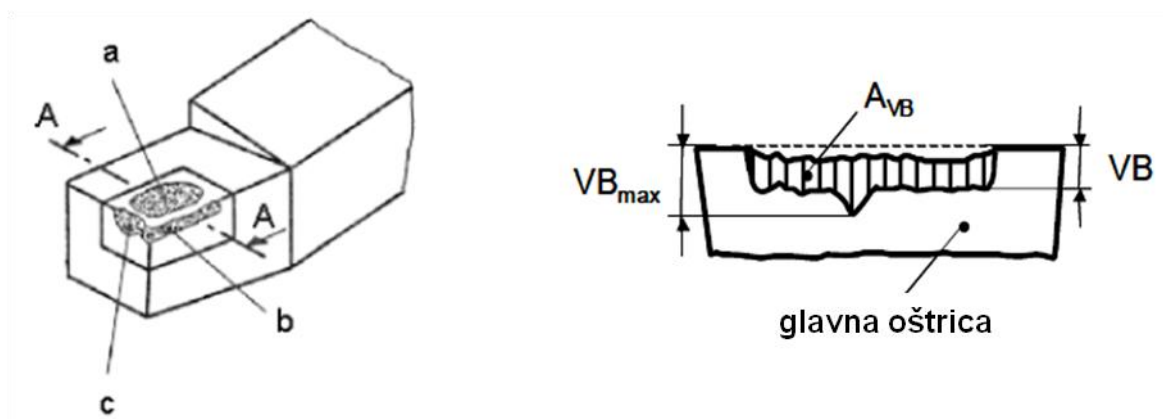
➤ **Trošenje stražnje površine („flank wear“), *VB*** - Trošenje stražnje površine alata najčešće je promatrani parametar trošenja, a koji se pojavljuje u većini obrada odvajanjem čestica. Širina područja trošenja, koje se označava sa *VB* (*VB – Verschleißbreite*), slika 2.4 a) i 2.5, kod većine obrada može se mjeriti s dovoljnom preciznošću tako da je to najčešće korišteni kvantitativni parametar trošenja alata. Najveća dozvoljena vrijednost trošenja stražnje površine alata prije njegove izmjene u većini slučajeva je kriterij za ocjenu radnog vijeka alata i obuhvaća vrijednosti od 0,2 mm do 1,6 mm te ovisi o vrsti obrade [1]. Povećano trošenje često se opaža i na samom vrhu alata (eng. nose wear), slika 2.4 b).



Slika 2.4: Trošenje alata: a) trošenje stražnje površine *VB*, b) trošenje vrha alata

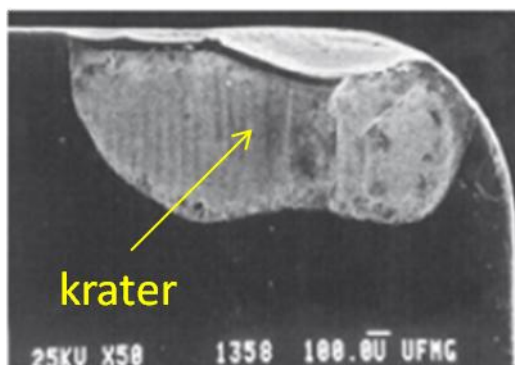
Trošenje stražnje površine povećava se s povećanjem brzine rezanja u većini uvjeta rezanja, ali ne i u svim. U mnogim laboratorijskim ispitivanjima rezanja i ispitivanjima obradivosti kao mjera kvalitete alata uzima se veličina trošenja stražnje površine u funkciji brzine rezanja i to pri ispitivanju različitih materijala alata kao i pri ispitivanju obradivosti (rezljivosti) različitih materijala obradaka.

Trošenje stražnje površine nastaje prvenstveno uslijed abrazijskog trošenja alata ali na njegovu pojavu utječe i adhezijsko trošenje.



Slika 2.5: Trošenje stražnje površine alata, VB [15]

➤ **Pojava kratera** - Trošenje u obliku kratera nastaje na prednjoj površini alata na mjestu gdje odvojena čestica prelazi preko površine alata, slika 2.6.



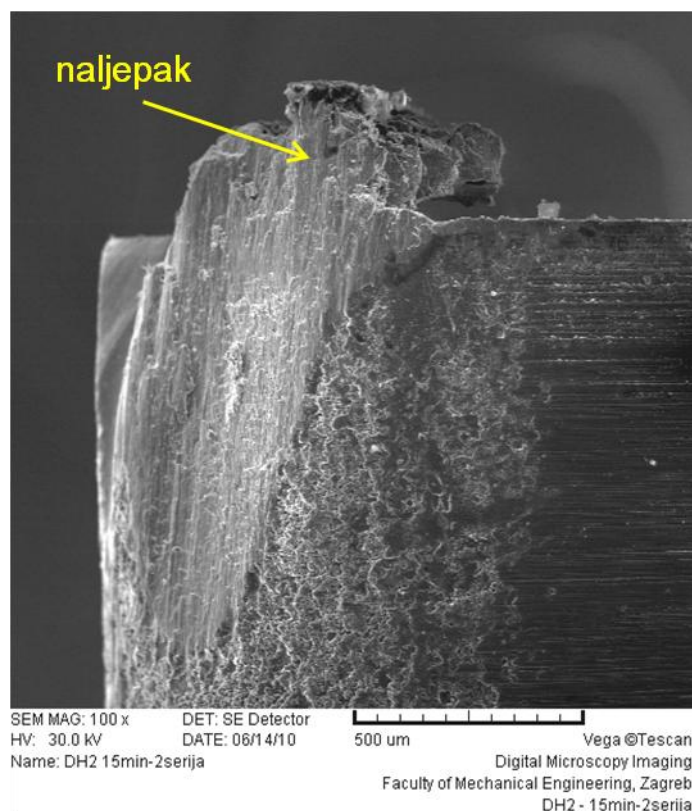
Slika 2.6: Krater na prednjoj oštrici alata [16]

Do samog formiranja udubine ili kratera dolazi najčešće na udaljenosti od 0,2 – 0,5mm od samog ruba oštrice [1]. Najčešće se pojavljuje prilikom obrade čelika ili ostalih materijala s visokom točkom tališta pri relativno velikim brzinama rezanja. Krater postupno postaje sve dublji i može u potpunosti uništiti reznu oštricu i time sam alat.

Dubina kratera  $KT$  mjeri se također pri laboratorijskim ispitivanjima rezanja i obradivosti zajedno s trošenjem stražnje površine alata  $VB$  i koristi se kao indeks učinkovitosti alata.

Krater nastaje prvenstveno zbog otapanja materijala alata uslijed difuzijskog trošenja i trošenja uslijed otapanja obzirom da se javlja u području maksimalnog porasta temperature. U literaturi se vrlo često krater i trošenje stražnje površine opisuju kao vrste trošenja koje nastaju uslijed određenog mehanizma. Ipak treba naglasiti da postoji čitav niz različitih mehanizama trošenja koji utječu i na trošenje stražnje površine i na stvaranje kratera na prednjoj površini alata te ove dvije veličine služe kao opis trošenja, a ne kao karakteristika mehanizma trošenja.

➤ **Pojava naljepka** - Naljepak koji nastaje gomilanjem materijala obratka pri vrhu rezne oštrice vrlo često se formira pri srednjim brzinama rezanja slika 2.7.



Slika 2.7: Naljepak na oštrici alata

Naljepak najčešće nastaje pri obradi višefaznih legura, kao što su npr. ugljični čelik, sivi ljev,  $\alpha$ - $\beta$  mjedi. Prvi sloj materijala obratka koji se naljepi na vrh alata znatno očvrsne uslijed smičnog naprezanja, a smik će se pojaviti u manje očvrnutim slojevima dalje od površine alata. Kontinuirano ponavljanje ovog procesa uzrokuje stvaranje većih nakupina očvrnutog materijala obratka koji se formira u obliku naljepka. Naljepak je vrlo nestabilna tvorevina, kontinuirano se lomi i ponovo stvara. Ovisno o vrsti materijala obratka može utjecati i pozitivno i negativno na trošenje alata. Stabilan naljepak može vrlo učinkovito štititi oštricu alata od trošenja, ali otkinuti komadići naljepka mogu ulaskom u sustav djelovati abrazivno na alat.

Pri većim brzinama rezanja mala je vjerojatnost za stvaranje naljepka jer dolazi do povišenja temperature i naljepak ne može izdržati naprezanje uslijed rezanja te ga zamjenjuje tzv. zona protoka odvojene čestice (eng. flow zone) [14].

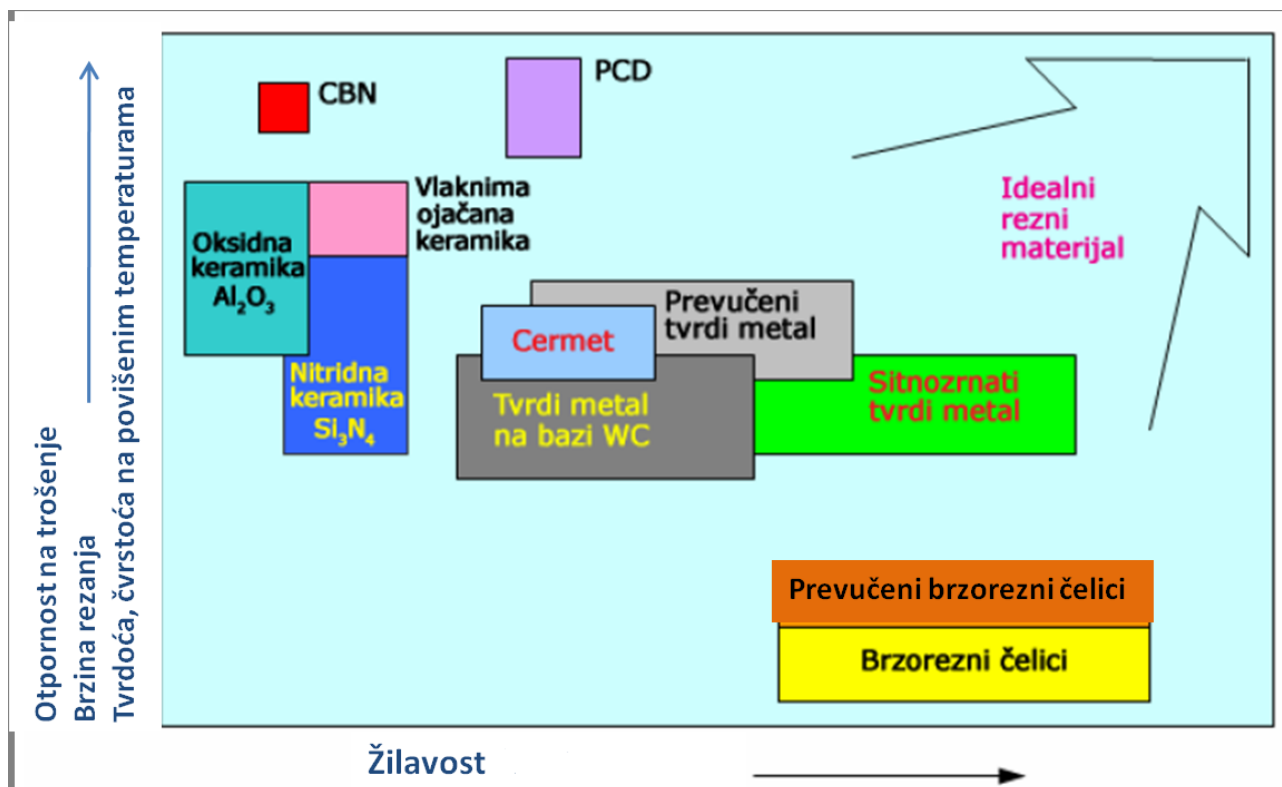


### 3. MATERIJALI ZA REZNE ALATE

Složeni procesi opterećenja i trošenja pri rezanju uvjetuju da alatni materijali moraju udovoljiti različitim zahtjevima kao što su visoka tvrdoća, otpornost na trošenje, visoka duktilnosti i žilavost, zadržavanje visoke tvrdoće s porastom temperature, dobro ponašanje pri toplinskoj obradi, oksidacijska postojanost itd. Karakteristike alatnih materijala koje je moguće izdvojiti kao najvažnije su:

- Otpornost na popuštanje
- Otpornost na trošenje
- Visoka duktilnost i žilavost

Obzirom na ova svojstva određuju se i područja primjene pojedinih materijala za rezne alate jer izbor materijala mora težiti kompromisu koji će zadovoljiti uporabnu namjenu alata, slika 3.1.



Slika 3.1: Svojstva alatnih materijala za rezne alate [17]

### 3.1 ALATNI MATERIJALI PRIKLADNI ZA NANOŠENJE TVRDIH PREVLAKA

Prilikom nanošenja prevlaka mehanička svojstva alatnih materijala moraju ostati nepromijenjena. Alati se pri nanošenju prevlake zagrijavaju na visoke temperature pa je važno svojstvo alata otpornost na popuštanje tj. temperatura popuštanja alatnih čelika mora biti oko 30 – 50 °C viša od temperature nanošenja prevlake. Drugi zahtjev je nosivost površine tj. svojstva podloge, koja mora biti takva da pri nanošenju prevlake ne dođe do njezinog deformiranja uslijed čega bi došlo do deformiranja i ljuštenja prevlake. Tvrde prevlake su relativno tanke (2-6  $\mu\text{m}$ ) zbog čega se vanjska naprezanja prenose na podlogu. S ovog aspekta najznačajnije svojstvo je tlačno naprezanje tečenja. Najveće vrijednosti tlačnog naprezanja tečenja imaju tvrdi metali (do 5300  $\text{N/mm}^2$ ), zatim sinterirani brzorezni čelici (do 4200  $\text{N/mm}^2$ ), klasični brzorezni čelici (do 3500  $\text{N/mm}^2$ ), a najmanje vrijednosti imaju alatni čelici za hladni rad (do 3000  $\text{N/mm}^2$ ). U tablici 3.1 su prikazane osnovne karakteristike alatnih materijala.

Tablica 3.1: Svojstva alatnih materijala [18]

Svojstvo	Brzorezni čelici	Tvrđi metali	Rezne keramike	Prirodni dijamant
Gustoća, $\text{g/cm}^3$	7,8	8-15	3,8-7	3,5
Tvrdoća, HV	700-900	1300-1500	1400-2400	10 000
Tlačna čvrstoća, MPa	3000-4000	4000-5900	2500-4000	2000
Svojna čvrstoća, MPa	2500-3800	800-2100	300-1000	300
Toplinska postojanost, °C	500	1000	1200	500
Koeficijent toplinskog rastezanja, $10^{-6}/\text{K}$	9-14	5-7,5	5,8-8	1,5-1,9
Modul elastičnosti, GPa	200-250	640		1050
Toplinska vodljivost, W/mK	17-30	80	4-8	1380

Gruba podjela alatnih materijala je na alatne čelike i tvrde metale [18]. Svi alatni materijali imaju općenito heterogenu mikrostrukturu, koja se sastoji od žilave matrice i tvrdih karbida.



## 3.2 BRZOREZNI ČELICI

Brzorezni čelici se javljaju krajem 19. stoljeća kao posljedica razvoja legiranih čelika kaljivih na zraku. Kemijski sastav prvog Mushet-ovog "samokaljivog čelika" razvijenog 1860. godine je 2% C, 5...10% W, do 2% Mo. Svojstva ovog čelika u to doba nisu mogla doći do punog izražaja jer nije bila otkrivena važnost visoke temperature austenitizacije. Slično je bilo i s čelikom sastava 1,85% C, 3,8% Cr, 8% W (Taylor i White). Nakon što je otkrivena važnost visoke temperature austenitizacije Taylor i White zaključili su da je "tvrdoća u crvenom žaru" (red hardness tj. otpornost na popuštanje) veća što je viša temperatura austenitizacije i stvoren je čelik sastava 0,7%C, 18% W, 4% Cr, 0,3% V, sličan današnjem AISI T1, HS 18-0-1. Nakon toga Mathews dodaje 1% V koji daje jače sekundarno očvrnuće, a nakon što je Becker zaključio da kobalt povoljno utječe na „tvrdoću u crvenom žaru“ dodao je još 5% Co. 1930. godine razvijen je čelik sastava 0,8%C, 1,7%W, 8,5%Mo nakon što su otkrivena nalazišta molibdena. Jedan od najpoznatijih brzoreznih čelika danas AISI M2 (HS 6-5-2), razvijen je nakon drugog svjetskog rata. Kada se pojavio, brzorezni čelik je predstavljao do tada nezamislivi rezni materijal jer je mogao rezati s do tada nezamislivim brzinama rezanja [19].

### 3.2.1 Legirni elementi brzoreznih čelika i njihovo djelovanje

U sastav brzoreznog čelika uvijek je uključeno najmanje 5 komponenata bez obzira na prateće elemente kao Mn, Si itd. Uz željezo i ugljik to su još volfram, krom i vanadij, a još se dodaje i kobalt te molibden koji u sastavu često djelomično ili potpuno zamjenjuje volfram. Kao i kod drugih čelika najvažniji element s aspekata kaljivosti je ugljik. Ugljik je u različitim stupnjevima proizvodnog postupka u različitim udjelima raspodijeljen između matrice i karbidne faze. U žarenom stanju veći dio ugljika nalazi se u karbidima, od kojih se veći dio otapa pri austenitizaciji te ulazi u austenit. Istraživanja pokazuju da je djelovanje ugljika najbolje kada njegov udio stehiometrički odgovara karbidima u kaljenoj i popuštenoj mikrostrukturi [20].

Kod brzoreznih čelika ugljik ima vrlo važan utjecaj na stvaranje dovoljne količine i vrste karbida koji ne ulaze u čvrstu otopinu tijekom toplinske obrade, a potrebni su radi postizanja visoke otpornosti čelika na trošenje. To su prvenstveno eutektički karbidi tipa  $M_6C$  i  $MC$  ( $K^\circ$ ). Vanadij je najjači karbidotvorni element u brzoreznim čelicima koji stvara vanadij karbid tipa  $MC$  iz taline prije ferita. Karbidi tipa  $M_6C$  nastaju u eutektičkoj i eutektoidnoj pretvorbi.

Od legirnih elemenata krom povećava prokaljivost, a povećani udio kroma (iznad 4%) povećava udio zaostalog austenita[21,22]. Molibden, volfram i vanadij, otopljeni u matrici povećavaju

tvrdocu nakon popuštanja zbog precipitacije karbida popuštanja. Također, povećavaju otpornost prema popuštanju i tvrdocu u toplom stanju te otpornost prema trošenju jer se tvrda karbidna faza ne otapa pri austenitizaciji. Kobalt u brzoreznim čelicima ima posebno djelovanje jer ne stvara karbide već se otapa u feritnoj matrici čime povoljno utječe na tvrdocu u toplom stanju te na otpornost prema popuštanju [23].

### 3.2.2 Karbidi u mikrostrukturi brzoreznih čelika

Karbidi W, Mo i V (te Ta, Nb i Ti, ako su prisutni u kemijskom sastavu) nastaju tijekom skrućivanja u obliku eutektičkih karbida. Glavni karbid kod brzoreznih čelika označen je općenitom formulom  $M_6C$  pri čemu je  $M = Fe, W$  ili  $Mo$  s tragovima ostalih elemenata. To su dvostruki karbidi tipa  $Fe_3W_3C$  i  $Fe_4W_2C$  (W i Mo se međusobno zamjenjuju u ovim formulama), a označavaju se često i kao eta – karbidi [24, 25]. Drugi karbid u sustavu je tipa  $M_2C$ , gdje M predstavlja W ili Mo ( $Mo_2C, W_2C$ ). Vanadij se pojavljuje najčešće u karbidu oblika MC.

Sastav eutektičkih karbida mijenja se kod volframovih brzoreznih čelika od  $Fe_4W_2C$  do  $Fe_3W_3C$ , a kod čelika koji su dodatno legirani molibdenom između  $Fe_4(W,Cr,Mo,V)_2C$  i  $Fe_3(W,Cr,Mo,V)_3C$ . Osim ovih pojavljuju se i karbidi tipa MC kod kojih se sastav mijenja između  $(V,W,Mo)C$  i  $(V,W,Mo)_4C_3$ . Ova vrsta karbida pojavljuje se kod čelika koji sadrže više od 1,3% V [20].

Sekundarni karbidi imaju sastav MC,  $M_6C$  i  $M_{23}C_6$  u obliku  $[(Fe,Cr,V)_{21}W_2]C_6$ , a izlučuju se naknadno iz čvrste otopine austenita prilikom ohlađivanja. Krom se uobičajeno pojavljuje u obliku karbida  $Cr_{23}C_6$  ili  $Cr_7C_3$ . Krom karbidi ne pojavljuju se u obliku eutektičkog karbida. Ovi sekundarni karbidi otapaju se na temperaturi austenitizacije pri toplinskoj obradi i osnovni su nosioci ugljika potrebnog za otapanje u austenitu [24 - 28].

Kod utjecaja legiranih elemenata na stvaranje eutektičkih karbida vanadij te titan, niobij i tantal povećavaju sklonost nastajanju karbida tipa MC. Na nastanak  $M_2C$  karbida najviše utječu ugljik i molibden i ovaj se karbid pojavljuje uglavnom u visokougljičnim brzoreznim čelicima koji imaju i visoki udio molibdenu. Volfram, silicij i dušik potiču nastanak karbida tipa  $M_6C$  umjesto  $M_2C$  tako da čelici s 12% ili 18% W stvaraju isključivo karbide tipa  $M_6C$  [20].

Svoja konačna svojstva brzorezni čelici dobivaju pravilno odabranom i provedenom toplinskom obradom.

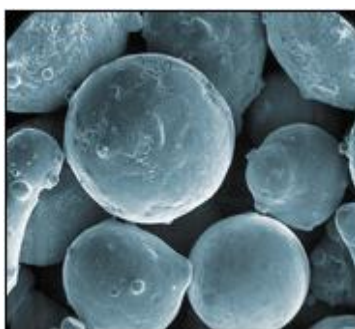
### 3.2.3 Brzorezni čelici dobiveni metalurgijom praha

Istraživanje i razvoj brzoreznih čelika dobivenih metalurgijom praha započelo je 60.-tih godina prošlog stoljeća. Cilj je bio poboljšati svojstva brzoreznog čelika kao materijala za rezne alate i približiti ih svojstvima tvrdog metala. Proizvodni proces koji je pratio istraživanja je:

1. Atomizacija inertnim plinom
2. Enkapsulacija
3. Vruće izostatsko prešanje pri tlaku od 1000 bara i temperaturi oko 1000 °C
4. Vruća plastična prerada (valjanje, kovanje)

Kao inertni plin za atomizaciju prvobitno se upotrebljavao argon ali je ubrzo ustanovljeno da se njegove čestice tijekom proizvodnje ugrađuju u samu strukturu brzoreznog čelika i time negativno utječu na njegova svojstva. Argon je ubrzo zamijenio dušik kao medij atomizacije koji je bio i povoljniji s ekonomskog stajališta.

Tijekom **atomizacije** sitne kapljice se brzo skrućuju u čestice praha slika 3.2, čime se ostvaruje ujednačeni raspored karbida u mikrostrukturi.



Slika 3.2: Prah za proizvodnju brzoreznog čelika Böhler Microclean [29]

Ta ujednačena struktura ostaje postojana nakon vrućeg izostatskog prešanja ili HIP – „hot isostatic pressing“ pri tlaku od 1000 bara i temperaturi oko 1000 °C te toplog oblikovanja (kovanje, valjanje) što rezultira finom, sitnozrnatom, izotropnom i ujednačenom mikrostrukturom. Dobro poznati problemi sa grubim karbidnim segregacijama u konvencionalnim lijevanim i kovanim brzoreznim čelikom, izbjegnuti su upravo primjenom metalurgije praha (PM). To naravno rezultira povećanjem duktilnosti i žilavosti brzoreznog čelika dobivenog metalurgijom praha u usporedbi s konvencionalnim brzoreznim čelikom jednake tvrdoće.

Tijekom druge polovice 1970-ih godina, započelo se s proučavanjem visokotemperaturnog sinteriranja praha brzoreznih čelika radi postizanja pune gustoće pri atmosferskom pritisku ili

vakuumu. Sinteriranje je izvršeno pri temperaturama malo višim od solidus linije čelika u dvofaznom području solidus-likvidus. Taj proces se naziva “Super solidus liquid phase sintering” ili SLPS (sinteriranje u polutjestastom stanju). Stvaranje polu tekuće faze olakšava postizanje neporozne (ili približno neporozne) mikrostrukture. Postupak proizvodnje čelika SLPS postupkom – konvencionalna sinter tehnologija jest:

1. Miješanje skrućenog, vodom atomiziranog praha s grafitom i mazivom
2. Jednoosno obostrano kompaktiranje smjese u zatvorenom spremniku
3. Sinteriranje na optimalnoj temperaturi u vakuumu ili reducirajućoj atmosferi ( $H_2 / CO$ ).

Za oba postupka kritični parametri su sinterirajući korak i temperatura sinteriranja – previsoka temperatura daje strukturu sa grubim karbidima, dok preniska temperatura rezultira popratnom poroznošću. Optimalna temperatura ovisna je i o udjelu ugljika i kisika u prahu za izradu brzoreznog čelika. Povoljniji uvjeti za sinteriranje mogu se ostvariti izborom brzoreznog čelika koji imaju veliko dvofazno područje ili dodavanjem legirnih elemenata.

Danas se za proizvodnju brzoreznih čelika koriste obje navedene tehnologije ali se za proizvodnju visoko čistih, kvalitetnih čelika te čelika za rad pri velikim opterećenjima koristi HIP postupak + topla prerada. Za jeftinije dijelove ili dijelove kompliciranih oblika te veliko serijsku proizvodnju koristi se SLPS postupak [30].

Posebno dobra svojstva za nanošenje tankih tvrdih prevlaka pokazuju brzorezni čelici dobiveni metalurgijom praha. Pri nanošenju tankih PVD prevlaka kvalitetna distribucija karbida dobivena metalurgijom praha osigurava dobru kvalitetu adhezijske veze prevlake i podloge te čak poboljšava adhezivnost prevlaka na bazi TiN zbog kompatibilnosti kristalnih rešetki karbida i TiN.

## 4. TOPLINSKA OBRADA BRZOREZNOG ČELIKA

### 4.1 KALJENJE BRZOREZNIH ČELIKA

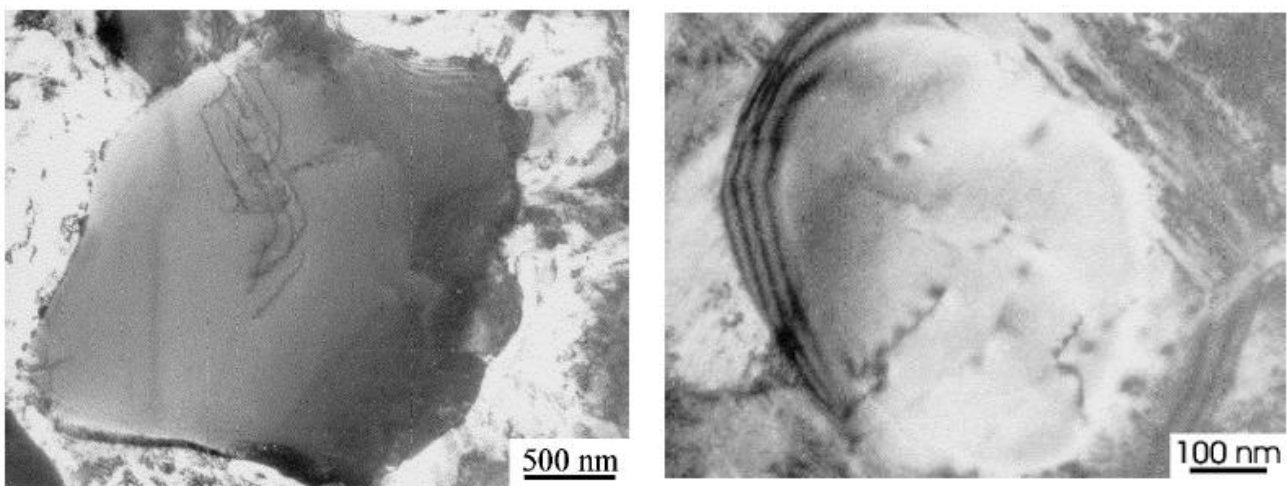
Odlučujući utjecaj na mikrostrukturu brzoreznih čelika, a time i na njihova svojstva ima kemijski sastav čelika, postupak proizvodnje i provedena toplinska obrada. Udio ugljika te dodatak legirnih elemenata, karbidotvoraca, utječe na vrstu karbida i njihov udio u mikrostrukturi dok proizvodni proces utječe na njihov oblik, raspored i veličinu.

Pravilno provedenom toplinskom obradom moguće je značajno utjecati na konačna svojstva brzoreznog čelika pa se parametri toplinske obrade odabiru ovisno o traženim svojstvima konkretnog alata.

Toplinska obrada brzoreznih čelika sastoji se od austenitizacije u zaštitnoj atmosferi (najčešće u vakuumu i danas sve rjeđe solnim kupkama), gašenja i tri visokotemperaturna popuštanja. Visoko temperaturna popuštanja se provode u cilju eliminacije zaostalog austenita kojeg nakon kaljenja u mikrostrukturi brzoreznog čelika ima i do 40% (ovisno o visini temperature austenitizacije). Visina temperature austenitizacije, koja je obično oko 50° C ispod solidus temperature vrlo je važan faktor u toplinskoj obradi brzoreznih čelika. U meko žarenom stanju feritna matrica brzoreznog čelika gotovo je bez ugljika, a sastoji se uglavnom od željeza i kroma. Ugljik je vezan u eutektičke, eutektoidne i sekundarne karbide. Iako se kod brzoreznih čelika u austenitno područje ulazi pri temperaturi nešto manjoj od 900 °C udio ugljika u matrici je nizak i gotovo svi karbidi su izvan čvrste otopine. Vrlo visoke temperature austenitizacije omogućuju otapanje dovoljne količine karbida sa ciljem dobivanja dovoljne količine ugljika i legirnih elemenata u austenitu. Pri temperaturama od 900° - 1100°C dolazi do otapanja  $M_{23}C_6$  karbida . Karbidi tipa  $M_6C$  (slika 4.1 a) otapaju se u intervalu od 1150 °C do solidus temperature, a manji dio će se otopiti tek na likvidus temperaturi. MC karbidi (slika 4.1 b) otapaju se vrlo slabo te su u velikoj mjeri prisutni i na likvidus temperaturi. Djelomično otapanje  $M_6C$  karbida rezultira djelomičnim ulaskom vanadija u čvrstu otopinu što rezultira jače izraženim sekundarnim očvrnućem pri popuštanju [20, 31]. Kinetika otapanja karbida ovisi o trajanju i visini temperature austenitizacije te o tehnologiji kaljenja tj. trajanju zagrijavanja do temperature austenitizacije.

Previsoka temperatura austenitizacije može dovesti do značajnog povećanja austenitnog zrna. Predugo držanje na temperaturi austenitizacije ima sličan učinak kao i previsoka temperatura, otapa se više karbida uslijed čega ima više zaostalog austenita te se austenitno zrno povećava. Preduga austenitizacija pogotovo na gornjim temperaturama austenitizacije može dovesti do stvaranja sitnih karbida i njihove koagulacije na granicama austenitnog zrna, pa čak i do lokalnog taljenja.

Uspješno kaljenje brzoreznih čelika svodi se na pravilno odabranu temperaturu i trajanje austenitizacije. U industrijskoj primjeni obično se odabiru niže vrijednosti temperature austenitizacije radi prevencije pregrijavanja, lokalnog rastaljivanja krajeva alata te deformiranja alata. Uobičajeno vrijeme držanja na temperaturi austenitizacije je od 80 – 150 s [31] što je sasvim dovoljno za otapanje dovoljne količine karbida i na to vrijeme ne utječu dimenzije i masa obradaka. Dimenzije alata te volumen i tip peći utječu na trajanje predgrijavanja.



a)

b)

Slika 4.1 a)  $M_6C$  karbid u brzoreznom čeliku HS 11-0-2 + 0,5 Nb, 1240°C/570°C[31]

b) MC karbid u brzoreznom čeliku HS 11-2-2 + 0,6 Ti 1240°C/540°C[31]

Visina temperature austenitizacije odabire se i prema svojstvima alata. Više temperature austenitizacije se odabiru kod alata koji će raditi na povišenim temperaturama i kod kojih je potrebna prvenstveno visoka tvrdoća, a niže temperature austenitizacije kod reznih alata koji će raditi u hladnom stanju, a kod kojih je najvažnija žilavost.

Nakon provedenog kaljenja pored martenzita ( $M^c$ ) u mikrostrukтури brzoreznog čelika nalazi se i 20 – 40 % zaostalog austenita ( $A_z$ ). Prisutni su još i sekundarni i eutektički karbidi. Prisutan zaostali austenit može se transformirati u martenzit dubokim hlađenjem na  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  ili destabilizacijom pri popuštanju.

## 4.2 POPUŠTANJE BRZOREZNIH ČELIKA

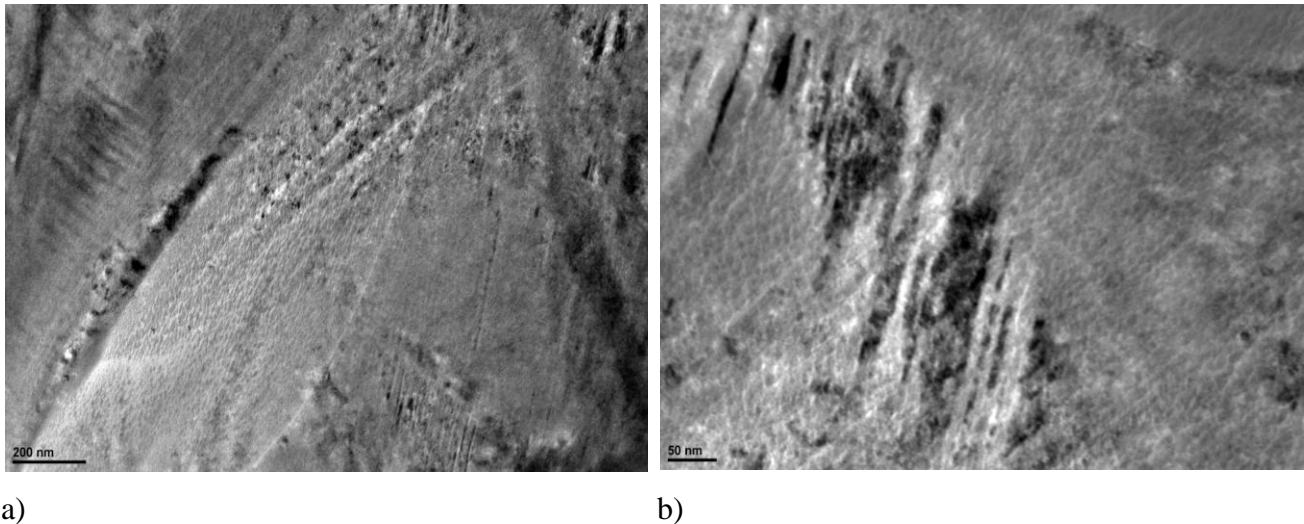
Popuštanje čelika provodi se nakon kaljenja radi smanjenja unutarnjih naprezanja u martenzitu nastalom kaljenjem, povišenja žilavosti martenzita i radi eliminacije prisutnog zaostalog austenita.

Popuštanje se provodi dva ili tri puta u temperaturnom području od  $500 - 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Na temperaturi popuštanja iz martenzita i zaostalog austenita izdvaja se ugljik i legirni elementi pri čemu nastaju karbidi popuštanja ( $K^p$ ) uslijed čega se smanjuje tetragonalnost martenzita, a time i tvrdoća. Uslijed izdvajanja ugljika u zaostalom austenitu dolazi do pada udjela ugljika što za posljedicu ima povišenje temperatura  $M_s$  i  $M_f$ . Daljnjim ohlađivanjem do sobne temperature iz zaostalog austenita nastaje sekundarni (ne popušteni) martenzit ( $M^c$ ). Višestrukim popuštanjem iz martenzita nastaju karbidi popuštanja, a iz zaostalog austenita nastaje sekundarni martenzit. Time se značajno smanjuje udio zaostalog austenita. Posljedica ovih pretvorbi je porast tvrdoće, tzv. sekundarno očvršnuće i porast otpornosti na trošenje i popuštanje.

Karbidi popuštanja koji se izlučuju u martenzitu tijekom popuštanja ispod i na temperaturi  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  su tipa  $M_3C$  u brzoreznom čeliku HS 6-5-2 ili tipa  $M_{23}C_6$  u brzoreznom čeliku HS 18-0-1. [32] Do temperature popuštanja  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  nastaju samo  $M_3C$  precipitati. Kod temperature popuštanja  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  izlučena je trećina vanadija, a kod temperature  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  izlučeno je manje od 35 % volframa u obliku karbida. Nastajanje cementita utvrđeno je u istom temperaturnom intervalu. Pri  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  ugljik je gotovo u cjelini vezan u obliku karbida [20].

Na višim temperaturama popuštanja nema novog izlučivanja karbida, već samo pretvorba jednog u drugi tip karbida ili ponovno otapanje jednog karbida i izlučivanje drugog. Kod prisutnog vanadija kod sekundarnog očvršnuća na  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  dominantni tip karbida je tipa MC ( $VC$ ,  $V_4C_3$ ). On ima povećani parametar kristalne rešetke, a u mikrostrukтури se može primijetiti po granicama martenzitnih iglica [31]. Na slici 4.2 prikazana su TEM slike tanke folije kaljenog i popuštene brzoreznog čelika PM S390 MC napravljene u ovom doktorskom radu. Na slici se vide vrlo fine martenzitne iglice jer je čelik dobiven metalurgijom praha te precipitati izlučeni unutar martenzitnih iglica.





Slika 4.2: TEM slike martenzita i izlučenih precipitata u kaljenom i popuštenom PM S390 MC brzoreznom čeliku a) manje povećanje, b) veće povećanje

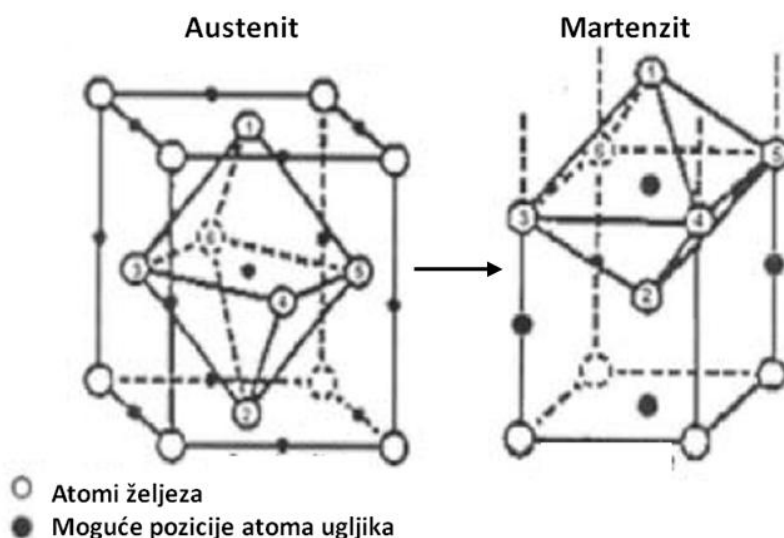
Nakon jednog popuštanja čelik može sadržavati do 20 % sekundarnog martenzita. Zato se preporučuje drugo popuštanje radi smanjenja unutrašnjih naprezanja i popuštanja sekundarnog martenzita. Poslije drugog popuštanja mikrostruktura se sastoji od popuštene primarnog i sekundarnog martenzita te karbida. Ukoliko je nakon prvog popuštanja bilo još zaostalog austenita u drugom popuštanju nastat će ponovo sekundarni martenzit sličnim mehanizmom. U tom slučaju potrebno je i treće popuštanje. Treba naglasiti da sekundarni martenzit nastaje u fazi ohlađivanja nakon popuštanja te da njegova količina ovisi o visini konačne temperature ohlađivanja nakon svakog popuštanja. Ukoliko ta temperatura nije dovoljno niska neće doći do pretvorbe zaostalog austenita. Također vrlo je važno prvo popuštanje provesti odmah nakon kaljenja jer kašnjenje uzrokuje stabilizaciju zaostalog austenita te otežava njegovu transformaciju nakon popuštanja [33].

### 4.3 DUBOKO HLAĐENJE

U svrhu eliminacije zaostalog austenita početkom 20. stoljeća počelo se eksperimentirati s pothlađivanjem. No zbog slabe opreme i nemogućnosti postizanja temperatura manjih od  $-80^{\circ}\text{C}$  rezultati nisu bili zadovoljavajući. Razvojem opreme i niskotemperaturne tehnike 70-tih godina prošlog stoljeća omogućeno je postizanje vrlo niskih temperatura, do  $-196^{\circ}\text{C}$ , što je omogućilo intenziviranje istraživanja na području utjecaja dubokog hlađenja na svojstva čelika.



Pothlađivanje (eng. cold treatment), na temperaturama od cca  $-80^{\circ}\text{C}$  („suhi led“) do  $-120^{\circ}\text{C}$  dovoljno je za transformaciju zaostalog austenita iz kaljenog čelika u martenzit (slika 4.3) i u širokoj je komercijalnoj primjeni, posebno za uklanjanje zaostalog austenita u pougljičenim i površinski kaljenim slojevima. Kod visokolegiranih alatnih čelika primjenom dubokog hlađenja dodatno se postiže i dimenzijska stabilnost zbog pretvorbe zaostalog austenita u martenzit čime se eliminira promjena volumena za 4% [34 - 39].



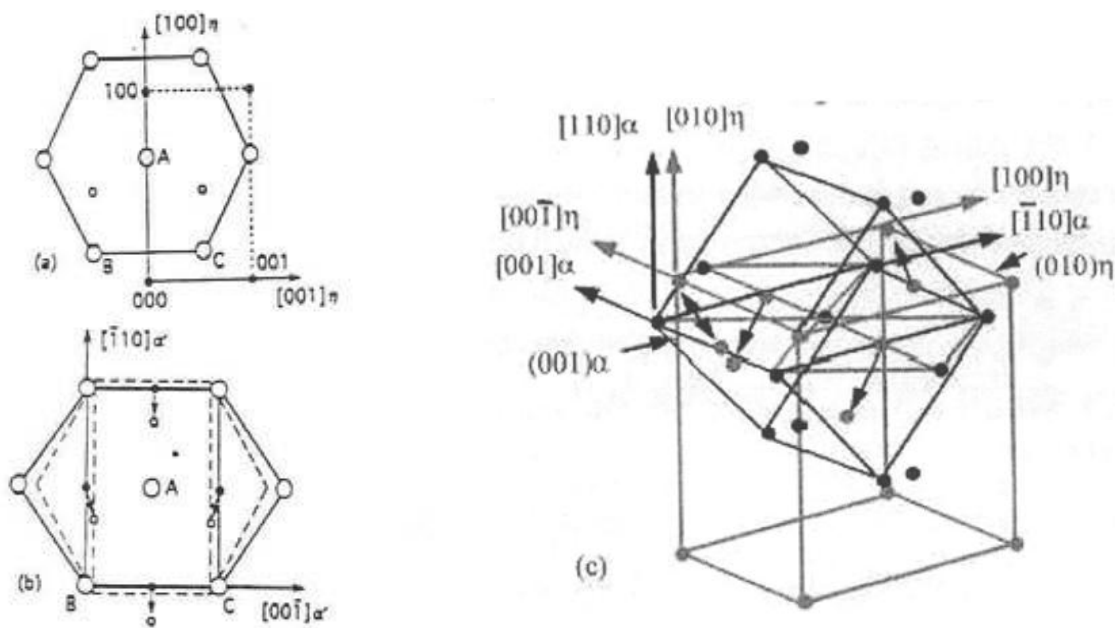
Slika 4.3: Transformacija zaostalog austenita u martenzit [34]

Duboko hlađenje (eng. deep cryogenic treatment) provodi se na temperaturi  $-196^{\circ}\text{C}$  (tekući dušik). Kombiniranjem dubokog hlađenja i različitih temperatura austenitizacije, čime se utječe na volumen zaostalog austenita, moguće je utjecati na tvrdoću i lomnu žilavost [6, 7] određenih komponenata, ali je moguće utjecati i na povećanje otpornosti na trošenje neovisno o povećanju tvrdoće [11, 39].

Pri dubokom hlađenju pojavljuju se dva metalurška fenomena: pretvorba zaostalog (pothlađenog) austenita u martenzit uz istovremeni raspad martenzita te početak nukleacije za naknadnu precipitaciju vrlo finih karbida. Pokazalo se da se efekt dubokog hlađenja odvija u nekoliko stadija. U prvom stadiju do  $-130^{\circ}\text{C}$  dolazi do transformacije zaostalog austenita u martenzit, čime dolazi do povećanja tvrdoće. Meng i sur. [38] navode da martenzit dobiven na ovaj način nije jednak martenzitu dobivenom klasičnim obradama tj. popuštanjem. Ova transformacija kao ni kod klasične toplinske obrade nije vremenski ovisna.

U drugom stadiju, na temperaturi oko  $-196^{\circ}\text{C}$ , započinje vremenski ovisno raspadanje primarnog martenzita. To raspadanje uzrokuje omekšavanje čelika, ali dolazi do nukleacije velikog

broja fino raspršenih karbida nanometarskih dimenzija. Tijekom naknadnog popuštanja dolazi do formiranja i precipitacije vrlo finih nanometarskih  $\eta$ -karbida (slika 4.4) [38, 39]. Prema Hirotsu i Nagakura (1972) [40, 41]  $\eta$ -karbidi su tipa  $M_2C$  s ortorombskom kristalnom rešetkom parametara  $a = 4,525 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,318 \text{ \AA}$ ,  $c = 2,830 \text{ \AA}$ , sa slijedećim prazninama između ravnina  $d_{101} = 0,242 \text{ nm}$ ,  $d_{020} = 0,215 \text{ nm}$ ,  $d_{121} = 0,161 \text{ nm}$ . Pokazalo se da se broj ovih karbida povećava što je dulje trajanje dubokog hlađenja (minimalno 24h) [40], što je niža temperatura (optimalno  $-196^\circ\text{C}$ ) te što je niža temperatura austenitizacije (sa ciljem postizanja što više primarnog martenzita). Meng i sur. [38] su utvrdili da je dominantni mehanizam povećanja otpornosti na trošenje kod alatnih čelika upravo formiranje tih vrlo sitnih  $\eta$ -karbida.



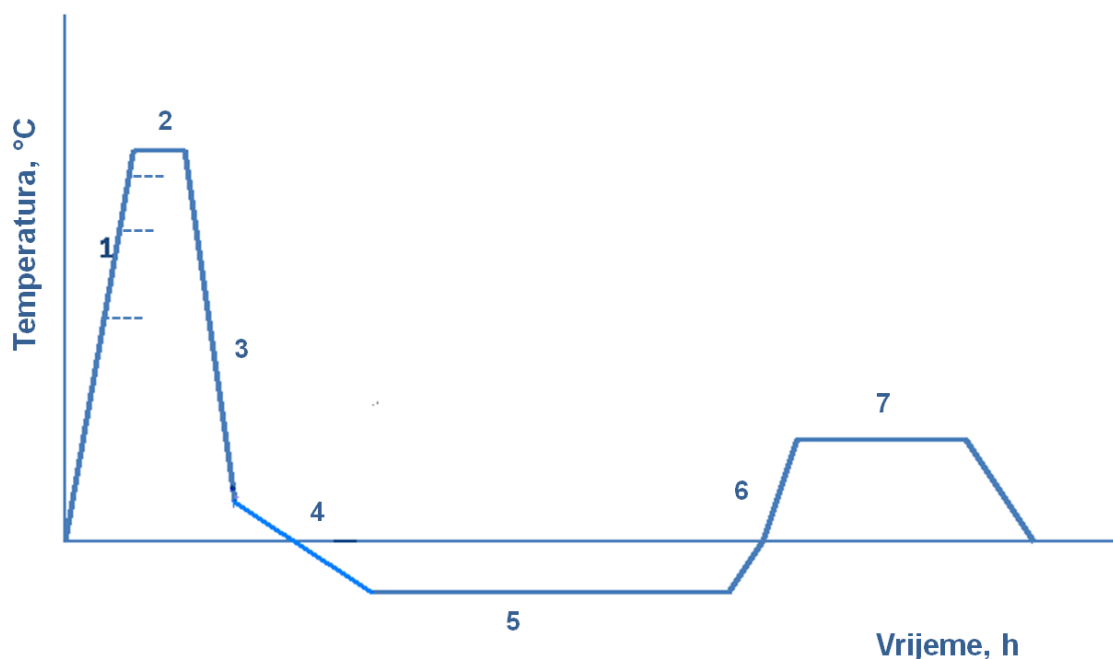
Slika 4.4: Formiranje  $\eta$ -karbida iz martenzita [38]

Prema [39] do formiranja precipitata dolazi samo raspadanjem primarnog martenzita (nastalog gašenjem), a ne i martenzita nastalog u prvom stadiju dubokog hlađenja s većim stupnjem tetragonalnosti  $c/a$ . Time su donekle objašnjene velike nedosljednosti u različitim istraživanjima. Naime, mnoga istraživanja su pokazala značajno povećanje tvrdoće dubokim hlađenjem, ali ne i povećanje otpornosti na trošenje dok je kod drugih uz minimalne promjene u tvrdoći došlo do značajnih promjena u otpornosti na trošenje.

Ukoliko kalimo s viših temperatura austenitizacije dobiti će se više zaostalog austenita koji će u prvom stadiju dubokog hlađenja završiti pretvorbu u martenzit što će uzrokovati značajno povećanje tvrdoće. Međutim neće doći do velikih promjena u otpornosti na trošenje u odnosu na klasičnu toplinsku obradu. Ako se kali s nižih temperatura austenitizacije, sa ciljem postizanja što

više primarnog martenzita i što manjeg udjela zaostalog austenita, formiranjem fino raspršenih  $\eta$ -karbida iz primarnog martenzita, značajno će se utjecati na povećanje otpornosti na trošenje, uz minimalne promjene u tvrdoći.

Različita istraživanja pokazala su da za svaki čelik nije moguće dati točno određene parametre dubokog hlađenja već je za svaki alat potrebno prilagoditi postupak ovisno o željenoj kombinaciji tvrdoće, žilavosti i otpornosti na trošenje. Ipak moguće je dati neke opće smjernice za postupak toplinske obrade koji uključuje i duboko hlađenje u cilju povećanja otpornosti na trošenje alata. Slika 4.5 shematski prikazuje preporučeni tehnološki postupak toplinske obrade brzoreznih i alatnih čelika koja uključuje i duboko hlađenje [39].



Slika 4.5: Dijagram preporučenog postupka toplinske obrade koji uključuje i duboko hlađenje

Faze tehnološkog postupka prema slici 4.4 su sljedeće:

1. Ugrijavanje na temperaturu austenitizacije uz obavezna predgrijavanja za konkretan čelik, s koje će se dobiti najmanje zaostalog austenita
2. Držanje na temperaturi austenitizacije preporučeno vrijeme za pojedini čelik
3. Gašenje nadkritičnom brzinom hlađenja

4. Uranjanje u tekući dušik, na temperaturu  $-196^{\circ}\text{C}$ . Preporuke iz literature su da bi ohlađivanje (i kasnije ugrijavanje) na temperaturu tekućeg dušika trebalo biti dovoljno sporo, konstantnim brzinama od otprilike  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , radi izbjegavanja stvaranja toplinskih mikro pukotina [42].
5. Držanje u tekućem dušiku minimalno 24h. Das i sur. [42] te Molinari i sur. [5] iznose da držanje u tekućem dušiku minimalno 24h, a do oko 35h daje optimalnu kombinaciju željene mikrostrukture i otpornosti na trošenje. Svako dulje držanje na niskim temperaturama ne utječe značajnije na svojstva [42, 43].
6. Ugrijavanje na sobnu temperaturu ponovo dovoljno sporo radi izbjegavanja stvaranja pukotina.
7. Popuštanje na temperaturama predviđenim za određeni čelik radi precipitacije  $\eta$ -karbida te uklanjanja eventualne krhkosti u materijalu zaostale nakon dubokog hlađenja. U odnosu na uobičajenu toplinsku obradu brzoreznog čelika gdje je potrebno provesti višestruko visokotemperaturno popuštanje, primjenom dubokog hlađenja dovoljno je provesti samo jedno popuštanje.

## 5. TVRDE PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA

---

Produljenje trajnosti alata smanjenjem trenja i trošenja danas je postignuto nanošenjem tvrdih tankih prevlaka na površinu alata. Glavne prednosti korištenja prevlaka proizlaze iz smanjenja trenja što rezultira manjim zagrijavanjem alata i smanjenjem sila rezanja, manjom adhezijom prema materijalu obratka uslijed čega je manji prijelaz materijala s površine alata. Povećana je tvrdoća površine čime je smanjeno trošenje abrazijom, a manje je i difuzijsko trošenje zbog kemijske stabilnosti prevlake koja predstavlja difuzijsku barijeru.

Da bi zadovoljio tražena svojstva materijal prevlake mora imati nisku adheziju prema materijalu obratka, ali visoku prema osnovnom materijalu alata, dobru otpornost na abrazijsko trošenje, visoku kemijsku postojanost i visoku tvrdoću. Sekundarni zahtjevi na prevlaku su sitnozrnata mikrostruktura, tlačna unutarnja naprezanja i glatka površina.

Tanke tvrde karbidne i nitridne prevlake nanese postupcima fizikalnog i kemijskog prevlačenja iz parne faze (PVD i CVD postupcima) zbog svojih se svojstava vrlo uspješno primjenjuju za tu namjenu već nekoliko desetljeća [2, 18].

### 5.1 TVRDE CVD PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA

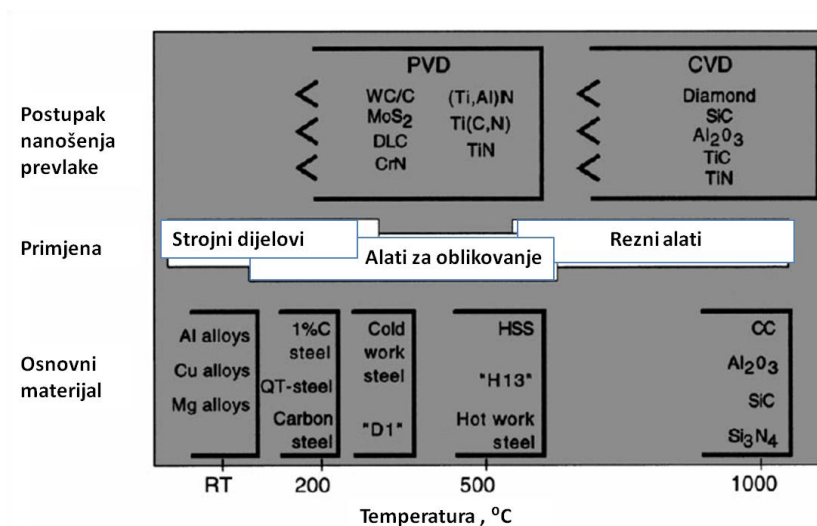
Početkom sedamdesetih godina prošlog stoljeća za zaštitu reznih alata počele su se upotrebljavati tvrde CVD (eng. chemical vapour deposition) prevlake. Prva tvrda CVD prevlaka bila je TiC koja je vrlo uspješna za zaštitu alata pri obradi vrlo abrazivnih materijala. Druga generacija tvrdih CVD prevlaka su bile TiN, Ti(C,N) i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Od spomenutih, svaka prevlaka ima svoje prednosti i nedostatke, zato se i upotrebljavaju pri obradi različitih materijala. Tako je TiN prevlaka kemijski inertnija od TiC pa je stoga trošenje uslijed difuzije manje, ima manju sklonost stvaranju naljepaka na reznoj oštrici, ali ima manju tvrdoću od TiC pa je slabije otporna na abrazijsko trošenje. Kompromis između obje prevlake je Ti(C,N). Prevlaka Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksidacijski je najpostojanija pa je optimalna za zaštitu alata koji rade pri velikim brzinama rezanja. Nedostatak ove prevlake je slabo prianjanje na podlogu.

Treća generacija tvrdih CVD prevlaka su višeslojne prevlake. To su prevlake koje kombiniraju različite slojeve materijala, od kojih svaki sloj ima svoju funkciju, npr. TiC je abrazijski postojana, TiN sprečava difuzijske procese, a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oksidaciju. Na taj način omogućeno je prilagođavanje svojstava prevlake različitim obradama.

Tako se za obradu pri velikim brzinama rezanja upotrebljavaju višeslojne prevlake koje na površini imaju inertnu prevlaku (npr.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), a podloga je tvrdi metal koji zadržava visoku tvrdoću i pri visokim temperaturama. Višeslojne prevlake imaju još dvije prednosti. Prva je da granice između slojeva sprečavaju rast kristalnih zrna pa je struktura slična jednoslojnim prevlakama. Prevlake su zbog toga glatkije, a time je i obrada kvalitetnija. Druga prednost manjih kristalnih zrna u višeslojnim prevlakama je veća tvrdoća, krutost i postojanost pri obradi. Upravo su iz tog razloga PVD prevlake veće tvrdoće od CVD prevlaka istog materijala, npr. tvrdoća PVD TiN prevlake iznosi 2300 HV, a CVD TiN prevlake 1700 HV[18].

Veća žilavost višeslojnih prevlaka omogućuje nanošenje prevlake veće debljine u odnosu na jednoslojnu prevlaku.

Osnovni nedostatak tvrdih CVD prevlaka je razugličenje površine s čime je povezan nastanak krhke  $\eta$ -faze, pa su stoga takve rezne pločice vrlo osjetljive na udarna opterećenja. Ostali nedostaci su vlačna unutarnja naprezanja i gruba površina tj povećanje hrapavosti uslijed relativno velikih kristalnih zrna. Problem krhkosti i vlačnih naprezanja djelomično je umanjen uvođenjem CVD postupka nanašanja iz parne faze koji se provodi pri nižim temperaturama (700-900°C) i većim brzinama nanošenja. Taj postupak je nazvan MT-CVD (medium temperature CVD). Ovi nedostaci su potpuno riješeni uvođenjem CVD postupka u plazmi - PACVD (plasma assisted CVD) i PVD prevlakama. Slika 5.1 pokazuje usporedbu PVD i CVD postupaka nanošenja prevlaka. Iz ekonomskih razloga PACVD postupak se u odnosu na PVD nije ustalio za zaštitu reznih alata [2, 18, 44].



Slika 5.1: Usporedba PVD i CVD postupka nanošenja prevlaka [44]

## 5.2 TVRDE PVD PREVLAKE ZA ZAŠTITU REZNIH ALATA

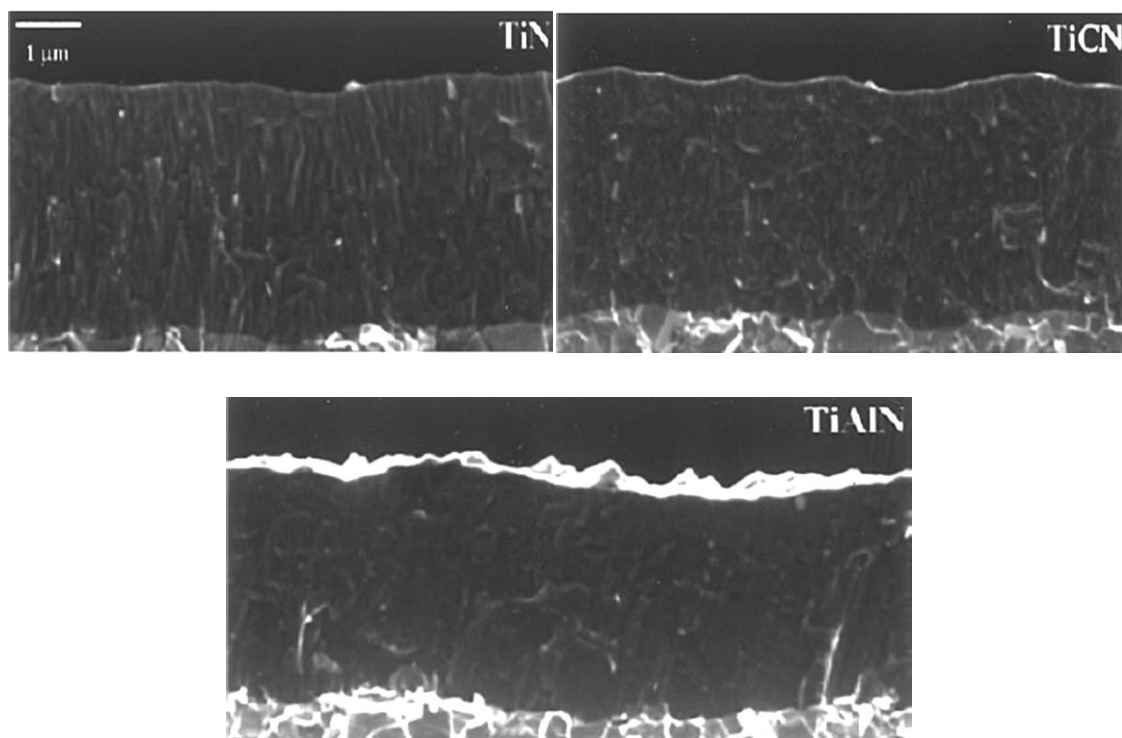
PVD (eng. physical vapour deposition) prevlake za zaštitu reznih alata počele su se koristiti početkom osamdesetih godina prošlog stoljeća. Pokazalo se da su tvrde PVD prevlake vrlo učinkovite za zaštitu reznih alata od tvrdog metala koji su izloženi izrazito velikim naprezanjima pri obradi. Tvrde PVD prevlake su zbog sitnozrnate mikrostrukture i velikih unutarnjih tlačnih naprezanja znatno otpornije na nastanak mikro pukotina. Relativno niska temperatura nanošenja onemogućava nastanak krhke  $\eta$ -faze u površinskom sloju tvrdog metala pa stoga ne dolazi do oslabljenja rezne oštrice alata.

Učinkovitost alata zaštićenog tvrdom PVD prevlakom ne ovisi samo o svojstvima obrađivanog materijala već i u najvećoj mjeri o adheziji prevlake na podlogu te o mehaničkim, toplinskim i tribološkim svojstvima prevlake.

Prva prevlaka za zaštitu reznih alata nanescena PVD postupkom bila je TiN prevlaka koja se zbog svojih dobrih svojstava koristi i danas. Primjerena je za obradu manje zahtjevnih materijala pri manjim brzinama rezanja. Za obradu tvrdih i žilavih materijala pri manjim brzinama rezanja i s prekidima jako dobra se pokazala Ti(C,N) prevlaka. Odlikuje se niskim faktorom trenja pri niskim temperaturama. Odvojena čestica je stoga glatka i klizi preko rezne oštrice.

(Ti, Al)N prevlaka (slika 5.2) donijela je veliki napredak u primjeni za rezne alate jer je osim vrlo visoke tvrdoće, za razliku od Ti(C,N) prevlake, i oksidacijski postojana. Iz tog razloga

pogodna je za zaštitu alata za obradu vrlo abrazivnih materijala, kao što su Fe ljevovi i legure Al-Si, a pri čemu se razvija visoka temperatura na reznoj oštrici. Za razliku od Ti(C,N) prevlake (Ti,Al)N ima veći faktor trenja, ali slabiju toplinsku vodljivost. Zbog toga odvojena čestica uzrokuje velika naprezanja na reznoj oštrici što dovodi do odlamanja prevlake. S druge strane (Ti,Al)N zadržava visoku tvrdoću pri visokim temperaturama, oksidacijski je postojana i daleko bolji toplinski izolator od TiN prevlake. Radi toga se općenito smatra da je preporučena brzina obrade alata prevučenog (Ti,Al)N prevlakom za 30% veća od iste preporučene za alat s TiN prevlakom.



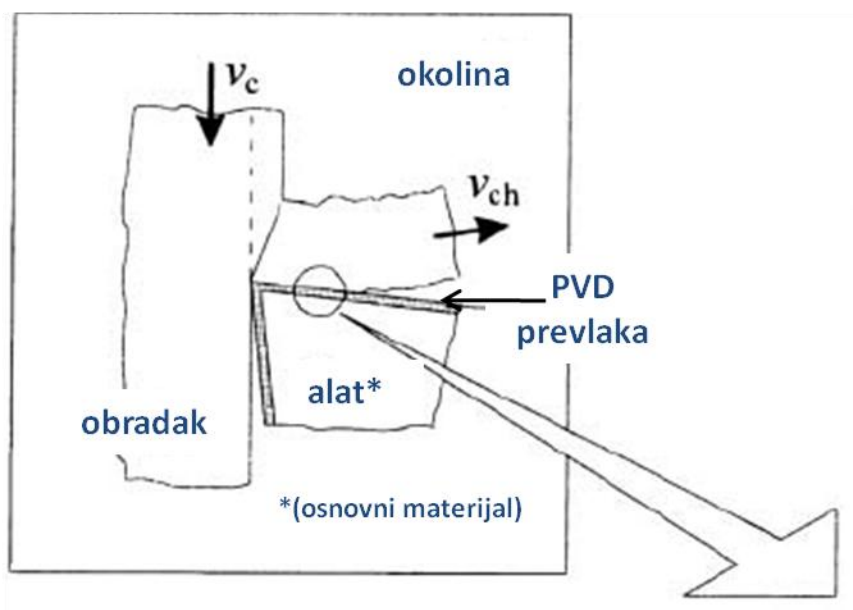
Slika 5.2: SEM slike mikrostrukture TiN, TiCN i TiAlN prevlake [45]

Pri obradi odvajanjem čestica, na površini alata s (Ti,Al)N prevlakom nastaje tanki pasivacijski sloj aluminijevog oksida  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , koji štiti samu prevlaku od daljnje oksidacije. Ukoliko dođe do skidanja tog sloja ponovo će se obnoviti. Aluminijev oksid se također odlikuje slabom toplinskom vodljivošću, tako da se veći dio topline koja se razvija na reznoj oštrici odnosi s odvojenom česticom iz sustava i ne prelazi na sam alat. Upravo razvijanje tog tankog sloja  $\text{Al}_2\text{O}_3$  povećava trajnost alata. Glodala prevučena (Ti,Al)N prevlakama imaju 60% veću trajnost od istih prevučениh Ti(C,N) prevlakama i tri puta veću od TiN [46].

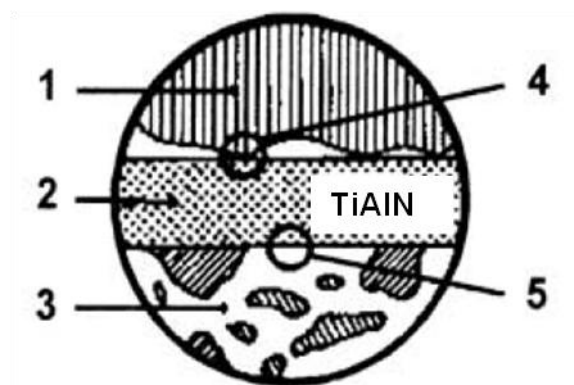


### 5.3 TRIBOSUSTAV «OSNOVNI MATERIJAL /PREVLAKA /OBRADAK»

Tribosustav koji nastaje prilikom korištenja prevučenih alata prikazan je na slici 5.3. Dosadašnja istraživanja [3] pokazala su da odlučujuću važnost za učinkovitost tribosustava «osnovni materijal /prevlaka /obradak» ima tzv. **adhezijski spoj** točnije **adhezijska veza** tj. zona između prevlake i osnovnog materijala. Kvaliteta adhezijske veze direktno utječe na učinkovitost tvrde prevlake u kontaktu s materijalom obratka. Osnovni zahtjev adhezijske veze je dobra prionjivost tj. adhezivnost prevlake jer ukoliko ne postoji dovoljna adhezivnost prema podlozi sva ostala svojstva prevlake neće doći do izražaja.



1. Obradak
2. TiAlN prevlaka
3. Osnovni materijal (podloga)
4. Dodirna površina alat-obradak
5. Veza između prevlake i osnovnog materijala (adhezijska veza)

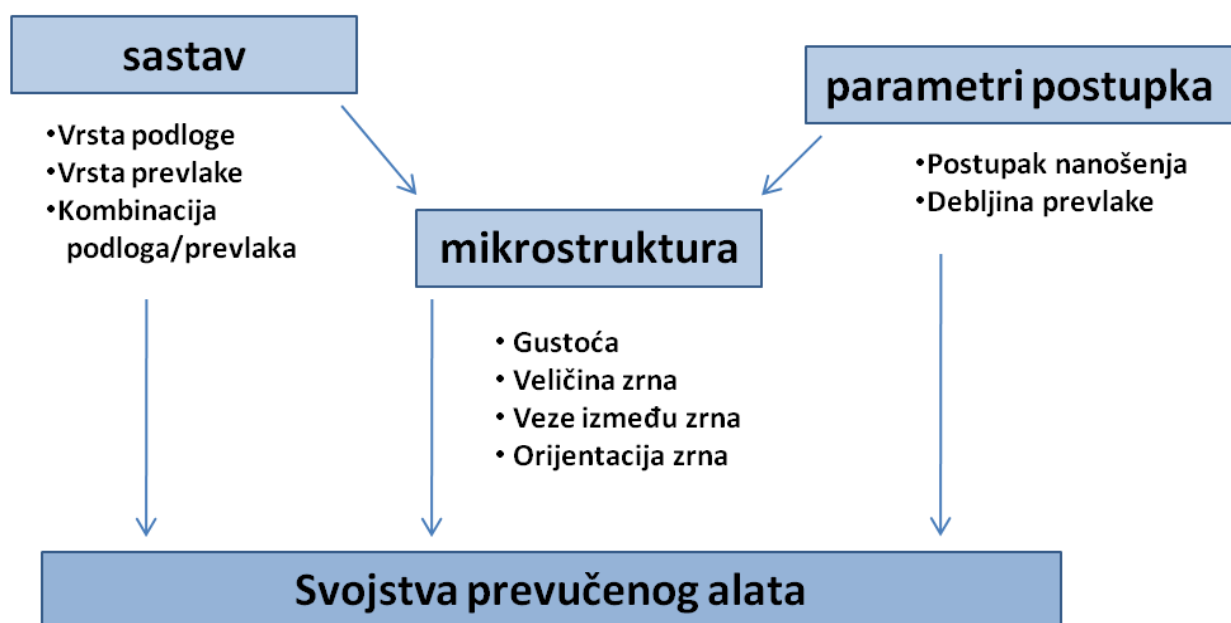


Slika 5.3: Shematski prikaz tribosustava „osnovni materijal/prevlaka/obradak“ [2]

Karakteristike prevlake (debljina, kemijski sastav, mikrostruktura, topografija itd.) određene su parametrima postupka nanošenja (temperatura podloge, karakteristike plazme, vrijeme

nagrizanja, prednapon podloge itd.) i svojstvima osnovnog materijala (kemijski sastav, mikrostruktura, topografija, itd.), slika 5.4 [18].

Osnovni materijal tj. podloga primarno utječe na nukleaciju i način rasta prevlake kao i na njenu topografiju. Uslijed toga, materijal podloge te priprema površine (hrapavost) osnovnog materijala ključni su za topografiju i adhezivnost tj. prionjivost prevlake te njenu učinkovitost u primjeni. U konačnici o karakteristikama prevlake ovise i njena mehanička, toplinska, kemijska i tribološka svojstva.



Slika 5.4: Utjecajni faktori na svojstva prevučenog alata[18]

### 5.3.1 Adhezijska veza prevlaka – osnovni materijal

Sposobnost prevlake da ostane pričvršćena za podlogu pri zadanom radnom opterećenju prvi je uvjet za njezinu uspješnu uporabu [2, 18].

Adhezivnost ili prionjivost prevlake definira se kao stanje u kojem se dvije površine drže zajedno uslijed kemijskih ili mehaničkih veza. Za razliku od kohezije koja se odnosi na veze unutar jednog materijala, adhezija se odnosi uvijek na veze između dva različita materijala. U sustavu podloga/prevlaka adhezivnost je najvažnije svojstvo jer sva dobra svojstva prevlake (mehanička, tribološka, kemijska) gube smisao ukoliko je prionjivost prevlake na podlogu loša te ukoliko dolazi do ljuštenja prevlake.

**Adhezijska veza** prevlake je vrlo dobro definirana na atomskom nivou, ali poveznica s adhezijskom vezom na makroskopskom nivou, koja je zanimljiva s tehnološkog aspekta još je uvijek prilično nejasna [18]. Mnogi autori stoga razlikuju dva pojma adhezijske veze: „osnovna adhezijska veza“ – veza na atomskom nivou i „praktična adhezijska veza“ – koja uzima u obzir i vanjske utjecaje kao što su unutarnja naprezanja u prevlaci i prisutnost različitih uključaka, nečistoća itd. [46]. Takvu podjelu prvi je uveo Mittal (1976) koji je uočio da idealizirani ili teorijski pristup nije u potpunosti primjenjiv za praktičnu primjenu. U kasnijim radovima postavio je tri osnovna oblika adhezijske veze između prevlake i podloge [47]:

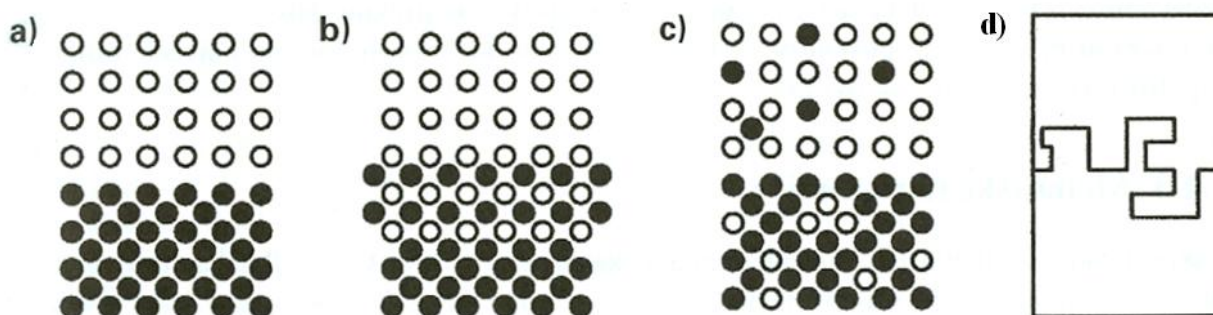
- Fundamentalna (osnovna) adhezijska veza
- Termodinamička adhezijska veza
- Praktična adhezijska veza

**Fundamentalna (osnovna) adhezijska veza** se definira kao suma svih molekularnih i atomskih veza između prevlake i osnovnog materijala na njihovoj dodirnoj površini (sučelju).

**Termodinamička adhezijska veza** predstavlja promjenu u slobodnoj energiji pri formiranju ili raskidanju spoja prevlaka/osnovni materijal.

**Praktična adhezijska veza** se opisuje kao sila koja je potrebna za odstranjivanje prevlake s podloge bez obzira na početak loma. Ova veza je ta koja se mjeri eksperimentalnim postupcima. Može se opisati kao spoj osnovne adhezije i „ostalih faktora“. To su faktori koji uključuju unutrašnja naprezanja u prevlaci, debljinu, mehanička svojstva prevlake, mehanička svojstva osnovnog materijala itd.

Veliku važnost za adhezivnost ima i vrsta prijelaza između podloge i prevlake. Razlikuju se četiri vrste granica koje su prikazane na slici 5.5:



Slika 5.5: Četiri vrste granica između podloge i prevlake: a) oštra granica, b) kemijski spoj, c) difuzijska granica, d) mehanički spoj [18]

- **Oštra granica** – između podloge i prevlake postoji jasna granica koja je širine jednog ili dva sloja atoma. Takva granica posljedica je slabih veza između podloge i prevlake. Zbog oštrog prijelaza greške su usmjerene na usko područje granice, gradijenti naprezanja su veliki, pa je uslijed toga i adhezija slaba. Poboljšanje adhezije u ovom slučaju moguće je ostvariti povećanjem hrapavosti podloge.
- **Kemijski spoj** je granica koja nastaje kada pri dodiru podloge i prevlake dođe do kemijske reakcije i nastanka kemijskog spoja. Nastanak srednjeg međusloja općenito poboljšava adheziju ako je taj sloj dovoljno tanak. Često nastanak srednjeg sloja prati promjene volumena što dovodi do povećanja unutarnjih naprezanja i smanjenja adhezije.
- **Difuzijska granica (spoj)** nastaje ukoliko su materijal podloge i prevlake međusobno topivi. Prijelaz iz podloge u prevlaku je postupan i adhezija takvog sustava je dobra.
- **Mehanički spoj** nastaje kada je površina podloge hrapava tako da se prevlaka ispreplete preko površinskih nepravilnosti, koje u tom slučaju djeluju kao sidra. U ovom slučaju adhezija nije toliko ovisna o kemijskoj kompatibilnosti materijala koliko o topografiji površine. Takav spoj je solidan s aspekta adhezije.

### 5.3.2 Mogućnosti poboljšanja adhezivnosti prevlake i osnovnog materijala

Pri poboljšanju adhezivnosti prevlake teži se slijedećem:

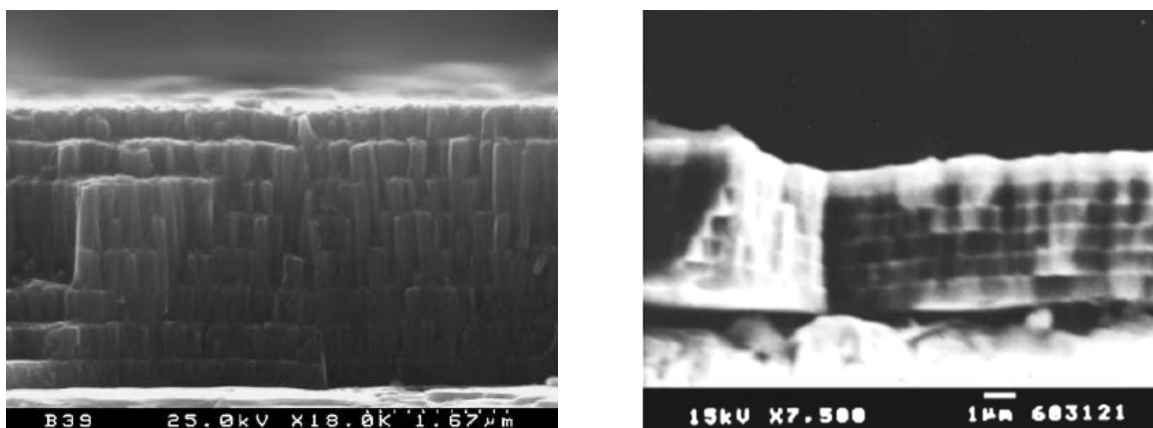
- Što manja energija na sučelju - što je povezano s kompatibilnosti mikrostrukture prevlake i podloge
- Stvaranju jakih i stabilnih kemijskih veza između prevlake i podloge
- Malom gradijentu naprezanja na sučelju - što poboljšava mogućnost izdržavanja nametnutih smičnih naprezanja na sučelju; naprezanja mogu proizaći npr. i iz razlika u toplinskom širenju prevlake i podloge.

Iz ovoga proizlazi nekoliko tehnika kojima se u praksi utječe na poboljšanje adhezijske veze prevlake i podloge. Te tehnike moguće je podijeliti u tri kategorije [18]:

1. Postupci prije nanošenja prevlake – čišćenje podloge prije smještanja u uređaj za nanošenje prevlake što uključuje pripremu površine, mehaničko i kemijsko čišćenje
2. Postupak ionskog nagrizanja/jetkanja s ciljem završnog čišćenja u uređaju za nanošenje
3. Nanošenje međusloja, najčešće čistog metala između prevlake i osnovnog materijala.

Kao što je već navedeno, stanje površine prije nanošenja prevlake ima značajan utjecaj na njezinu adheziju. Pored mehaničkog i kemijskog čišćenja površina, prije nanošenja same prevlake potrebno je još površine alata očistiti i ionskim nagrivanjem. Iako različite nepravilnosti i neravnine na površini mogu poboljšati adheziju zbog stvaranja mehaničkih veza s podlogom, s druge strane oko različitih nepravilnosti dolazi do lokalnog porasta naprezanja. Ukoliko je nanošenje loše, nastaju pukotine koje uslijed opterećenja propagiraju. I nečistoće kao i granice zrna mogu utjecati na pojavu pukotina što sve smanjuje prionjivost prevlake.

Ukoliko se podloga i prevlaka značajno razlikuju u kristalnoj strukturi, parametrima rešetke, koeficijentu toplinskog rastezanja itd. to će također oslabiti adheziju. U takvim slučajevima bolje je toplinsko-kemijskim i drugim postupcima nanijeti pseudo difuzijski međusloj ili cijeli novi međusloj nekog trećeg materijala što će poboljšati prionjivost same prevlake. Više autora [44 - 51] ispitalo je utjecaj različitih međuslojeva na adhezivnost i tribološka svojstva TiN, TiAlN prevlaka. Slika 5.6 prikazuju višeslojne TiAlN prevlake s titanovim i bakrenim međuslojem.



a)

b)

Slika 5.6: a) SEM slika presjeka 15-slojne TiAlN prevlaka s međuslojevima Ti [51]

b) SEM slika presjeka 11 – slojne TiAlN prevlaka s međuslojevima Cu [51]

Loša prionjivost prevlake očituje se u stvaranju pukotina, mjehurića (blistera) i u konačnici ljuštenjem same prevlake, a što će se najprije pojaviti na mjestima s najvećim unutrašnjim naprezanjima kao što su rubovi, kutovi itd.

Uz sve navedeno pri svakom postupku nanošenja prevlake može doći do varijacija parametara što će za posljedicu imati nehomogenost prevlake. Osnovni razlozi su:

- **Stanje alata i naprave** - kvaliteta prevlake ovisi o čistoći alata i vakuumske komore; važan parametar je i stanje izvora (meta) za nanošenje
- **Geometrija alata** - lokalni sastav plazme ovisi o veličini i obliku alata te o njihovoj rotaciji, svojstva prevlake se značajno mogu razlikovati na horizontalnim i vertikalnim površinama; a posebno velike razlike su na rubovima i u provrtima
- **Vrsta podloge** - adhezija prevlake na podlogu ovisna je i o tvrdoći podloge, toplinskoj obradi, hrapavosti površine te o kemijskim i toplinskim svojstvima podloge.

## 6. EKSPERIMENTALNA ISPITIVANJA

U svrhu ispitivanja utjecaja podloge na tribološka svojstva prevučenog reznog alata, a prema postavljenoj hipotezi, provedena su opsežna ispitivanja koja su podijeljena na laboratorijska ispitivanja na uzorcima te ispitivanje trošenja rezanjem jednoreznim alatom (alatom s jednom glavnom oštricom). Cjelokupni eksperimentalni dio istraživanja podijeljen je u četiri dijela.

Prvi dio obuhvaća pripremu uzoraka, toplinsku obradu ispitnih uzoraka i reznih pločica, nitiranje u plazmi ionizirajućih plinova i nanošenje prevlake postupkom prevlačenja iz parne faze.

Drugi dio eksperimentalnog dijela obuhvaća laboratorijska ispitivanja na uzorcima bez prevlake i to ispitivanje tvrdoće, analizu mikrostrukture, određivanje lomne žilavosti, ispitivanje tlačne čvrstoće, otpornosti na adheziju „load scanning test“-om i otpornosti na suho klizno trošenje (suha abrazija) metodom „ball-on-flat“. Ispitivanja na uzorcima bez prevlake provedena su kako bi se utvrdilo na koji način je primjena dubokog hlađenja i nitiranja utjecala na promjenu svojstava brzoreznog čelika dobivenog metalurgijom praha, oznake PM S390 MC koji je korišten kao podloga za nanošenje TiAlN prevlake u ovom ispitivanju.

Treći dio obuhvaća ispitivanja na uzorcima s prevlakom i to analizu mikrostrukture i kemijskog sastava, zatim ispitivanje mikrotvrdoće, topografije, hrapavosti i debljine prevlake. Prionjivost prevlake će se ispitati pomoću testa brazdanja (Revetest), Rockwellovom metodom te kalotestom. Napraviti će se tzv. „stepeničasti test“ trošenja metodom „ball-on-flat“ za određivanje sile kod koje će doći do probijanja prevlake te će se ispitati otpornost na trošenje prevlake metodom „ball-on-flat“ te otpornosti na mikroabrazijsko trošenje pomoću kalotesta. Cilj navedenih ispitivanja je utvrditi da li su duboko hlađenje i nitiranje utjecali na prionjivost i svojstva TiAlN prevlake te na ispitivana tribološka svojstva sustava brzorezni čelik / TiAlN prevlaka.

Četvrti dio eksperimenta obuhvaća ispitivanje trošenja jednoreznim alatom. Zajedno s uzorcima za laboratorijska ispitivanja pripremljene su i pločice za tokarenje prema ISO standardu oznake CNMA 120408 u osam različitih stanja. Četiri stanja bez prevlake i četiri stanja s prevlakama. Rezultati ovog ispitivanja usporedit će se s rezultatima laboratorijskih ispitivanja te će se vidjeti u kojoj mjeri ti rezultati ukazuju na trošenje reznih oštrica.

## 6.1 PRIPREMA UZORAKA

U ovom radu kao osnovni materijal ili podloga korišten je brzorezni čelik tvrtke Böhler, proizveden metalurgijom praha oznake PM S390 MC. Kemijski sastav čelika prikazan je u tablici 6.1.

Tablica 6.1: Kemijski sastav ispitivanog čelika PM S390 MC (Böhler)

% C	% Si	% Mn	% Cr	% Mo	% V	% W	% Co	% Fe
1,64	0,60	0,30	4,80	2,00	4,80	10,40	8,00	ostalo

Čelik je isporučen u obliku šipke promjera 22 mm duljine 4 m. Iz šipke su izrezani uzorci dimenzija i oblika potrebnih za pojedina predviđena ispitivanja. Uzorci su podijeljeni u osam skupina, tablica 6.2.

Tablica 6.2: Podjela uzoraka prema stanjima provedene toplinske obrade

Oznaka stanja / uzoraka	Austenitizacija °C / min	Duboko hlađenje °C / h	Popuštanje °C / h	Nitriranje °C / h	PVD °C / h
P0	1130 / 6	-	520/520/490/2h	-	-
P1	1130 / 6	-	520/520/490/2h	490 / 2,5	-
P2	1130 / 6	-	520/520/490/2h	-	450 / 2,5
P3	1130 / 6	-	520/520/490/2h	490 / 2,5	450 / 2,5
DH0	1130 / 6	- 196 / 24	520 / 2h	-	-
DH1	1130 / 6	- 196 / 24	520 / 2h	490 / 2,5	-
DH2	1130 / 6	- 196 / 24	520 / 2h	-	450 / 2,5
DH3	1130 / 6	- 196 / 24	520 / 2h	490 / 2,5	450 / 2,5

Planirana ispitivanja za pojedina stanja toplinske obrade te dimenzije i broj ispitnih uzoraka, ovisno o primijenjenoj metodi ispitivanja, prikazana su u tablici 6.3 i 6.4. Uz uzorke za laboratorijska ispitivanja napravljeno je i 40 reznih pločica dimenzija prema ISO CNMA 120408.



Tablica 6.3: Pregled planiranih ispitivanja za uzorke obrađene uobičajenom toplinskom obradom

Oznaka stanja / uzoraka	<b>VAKUUMSKA TOPLINSKA OBRADA</b>	Oznaka uzoraka						
		Abrazija – pin on disc $\Phi 22 \times 4$ mm	Abrazija/adhezija kalotest $\Phi 22 \times 4$ mm	Adhezija – HRC, Revettest $\Phi 22 \times 4$ mm	Adhezija – load scanning test $\Phi 10 \times 100$ mm	Metalografija $\Phi 22 \times 4$ mm	Tlačna čvrstoća $\Phi 10 \times 12,5$ mm	ISPITIVANJE REZANJA
<b>P0</b>	- BEZ PREVLAKE (OSNOVNO STANJE)	bez x5	-	-	Cx1	bez x5	Px3	5
<b>P1</b>	+ NITRIRANO	I x5	-	-	Dx1	I x5	-	5
<b>P2</b>	+ PVD TiAlN	-	*** x5	*** x7	-	*** x3	-	5
<b>P3</b>	+ NITRIRANO + PVD TiAlN	-	**** x5	**** x7	-	**** x3	-	5

Tablica 6.4: Pregled planiranih ispitivanja za duboko hlađene uzorke

Oznaka stanja / uzoraka	<b>VAKUUMSKA TOPLINSKA OBRADA + DUBOKO HLAĐENO</b>	Oznaka uzoraka						
		Abrazija – pin on disc $\Phi 22 \times 4$ mm	Abrazija/adhezija kalotest $\Phi 22 \times 4$ mm	Adhezija – HRC, Revettest $\Phi 22 \times 4$ mm	Adhezija – load scanning test $\Phi 10 \times 100$	Metalografija $\Phi 22 \times 4$ mm	Tlačna čvrstoća $\Phi 10 \times 12,5$ mm	ISPITIVANJE REZANJA
<b>DH0</b>	- BEZ PREVLAKE (OSNOVNO STANJE)	I* x5	-	-	Ax1	I* x5	Dx3	5
<b>DH1</b>	+ NITRIRANO	I** x5	-	-	Bx1	I** x5	-	5
<b>DH2</b>	+ PVD TiAlN	-	* x5	* x7	-	* x3	-	5
<b>DH3</b>	+ NITRIRANO + PVD TiAlN	-	** x5	** x7	-	** x3	-	5

## 6.2 TOPLINSKA OBRADA

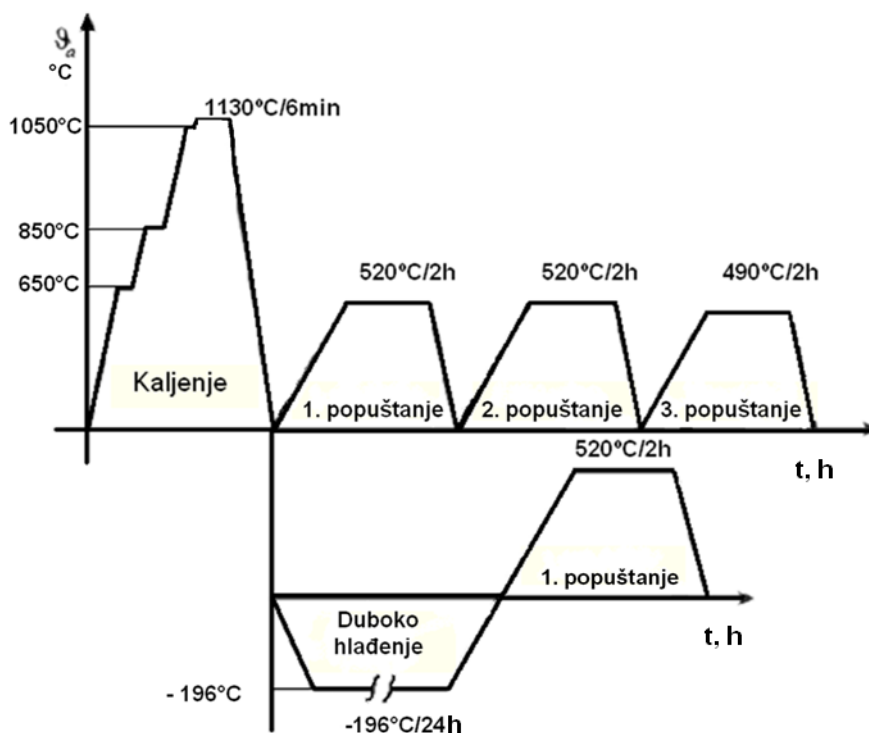
Osnovna toplinska obrada uzoraka provedena je u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Kaljenje i popuštanje provedeno je u vakumskoj peći (vakuum kao zaštita). Zbog veličine komore vakuumske peći uzorci su podijeljeni u četiri šarže, slika 6.1.



Slika 6.1: a) Toplinska obrada uzoraka za analizu mikrostrukture i tribološka ispitivanja  
b) Toplinska obrada uzoraka za load scanning test i tlačnu čvrstoću

Toplinska obrada provedena je na slijedeći način, slika 6.2:

- Predgrijavanje: 650 °C / 30 min, 850 °C / 20 min, 1050 °C / 15 min
- Austenitizacija: 1130 °C / 6 min
- Gašenje u struji dušika,  $p = 1050$  mbar



Slika 6.2: Dijagram postupka provedene toplinske obrade

Nakon gašenja do sobne temperature na svakoj šarži uzoraka izmjerena je tvrdoća Rockwellovom metodom u Laboratoriju za toplinsku obradu. Dio uzoraka predviđen za duboko hlađenje odmah nakon mjerenja tvrdoće uronjen je u tekući dušik ( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) na 24 h. Samo gašeni uzorci odmah su popušteni u vakuumu na  $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ , nakon toga provedena su još dva popuštanja na  $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$  i  $490\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ . Duboko hlađeni uzorci nakon 24 h izvađeni su iz tekućeg dušika ugrijani su do sobne temperature te im je izmjerena tvrdoća. Nakon toga su odmah popušteni u vakuumskoj peći na  $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ . Nakon popuštanja ponovo je mjerena tvrdoća metodom HRC. U svakoj šarži tvrdoća je mjerena na tri uzorka po deset puta. Srednje vrijednosti izmjerene tvrdoće svih šarži, u pojedinim fazama toplinske obrade prikazane su u tablici 6.5. Za konačno stanje tvrdoća je mjerena i Vickersovom metodom.

Tablica 6.5: Izmjerene vrijednosti tvrdoće u pojedinim fazama toplinske obrade

VAKUUMSKA TOPLINSKA OBRADA (VTO)			VTO + DUBOKO HLAĐENO		
stanje	HRC	HV 1	stanje	HRC	HV 1
Austenitizacija + gašenje	<b>67,5</b>	-	Austenitizacija + gašenje	<b>67,5</b>	-
1. popuštanje ( $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ )	<b>67</b>	-	DH ( $-196\text{ }^{\circ}\text{C} / 24\text{ h}$ )	<b>68</b>	-
2. popuštanje ( $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ )	<b>66</b>	-	1. popuštanje ( $520\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ )	<b>66,5</b>	<b>945</b>
3. popuštanje ( $490\text{ }^{\circ}\text{C} / 2\text{ h}$ )	<b>66</b>	<b>917</b>	-	-	-

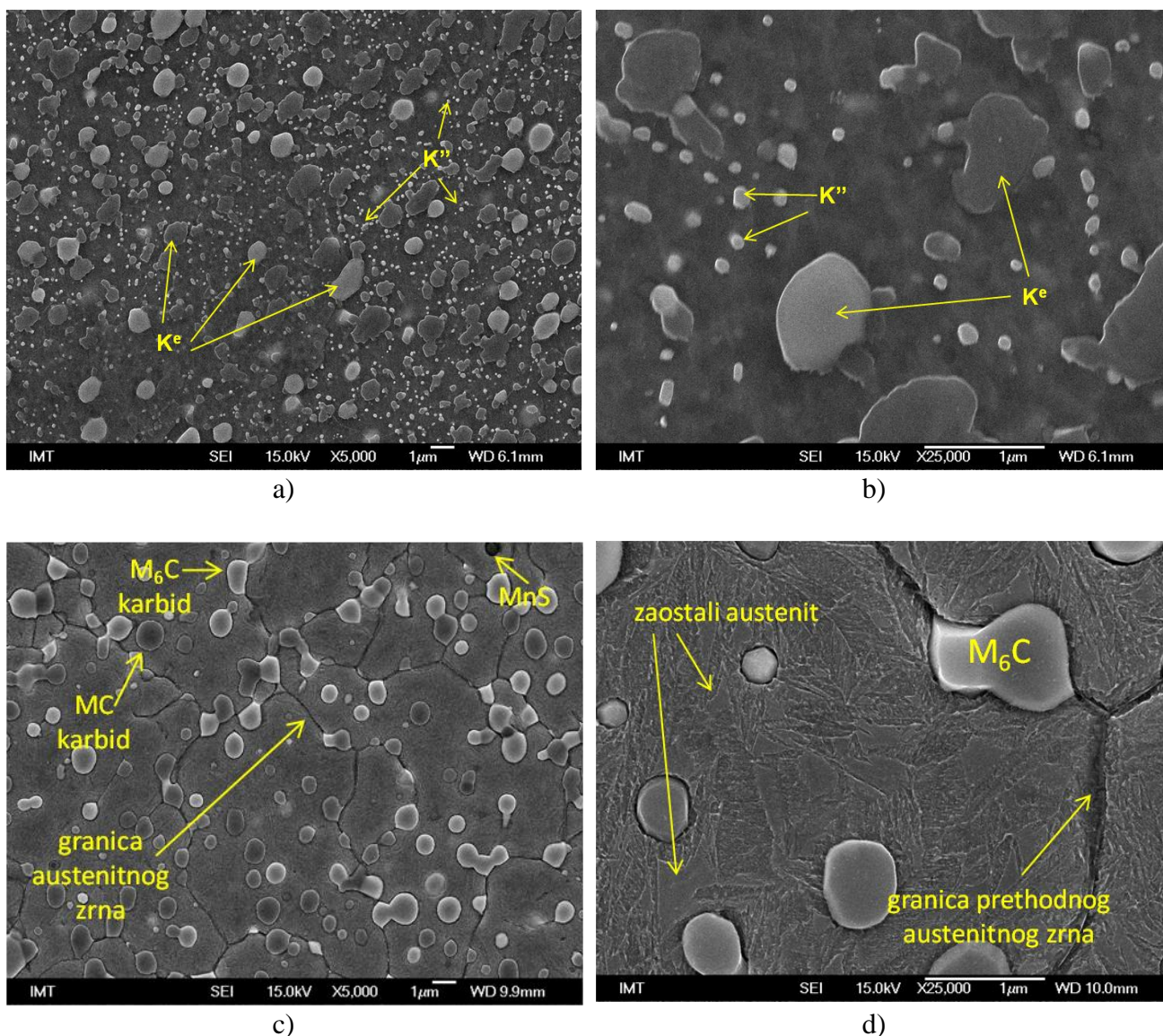
Nakon provedene toplinske obrade svi uzorci i rezne pločice alatno su brušeni (uz obilno hlađenje) i polirani. Uzorci za laboratorijska ispitivanja i rezne pločice polirani su u tvrtki „Alfa tim“. Izmjerena srednja vrijednost hrapavosti uzoraka  $\Phi 22 \times 4\text{ mm}$  predviđenih za sva mikrostrukturalna i laboratorijska ispitivanja bila je  $R_a = 9,3\text{ nm}$ ,  $R_z = 75,6\text{ nm}$ . Hrapavost reznih oštrica je  $R_a = 10,7\text{ nm}$ ,  $R_z = 76,8\text{ nm}$ . Hrapavost je mjerena u Laboratoriju za precizno mjerenje duljina na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu te u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani.

### 6.2.1 Mikrostrukturne promjene tijekom toplinske obrade

Zajedno s uzorcima za laboratorijska ispitivanja i reznim pločicama toplinski su obrađeni i uzorci koji su vađeni iz postupka nakon svake faze toplinske obrade. Ti uzorci su metalografski pripremljeni u Institutu za materijale in tehnologiju u Ljubljani te im je analizirana mikrostruktura na FE SEM (eng. field emission scanning electron microscope). Na slikama 6.3 i 6.4 prikazana je

mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC u osnovnom žarenom stanju te mikrostrukturne promjene koje su nastale tijekom austenitizacije i gašenja. Na slici 6.5 prikazana je usporedba mikrostrukturnih promjena koje su nastale kaljenjem i jednim popuštanjem te kaljenjem i dubokim hlađenjem. Na slici 6.6 prikazana je mikrostruktura nakon kaljenja i tri popuštanja te nakon kaljenja, dubokog hlađenja i popuštanja.

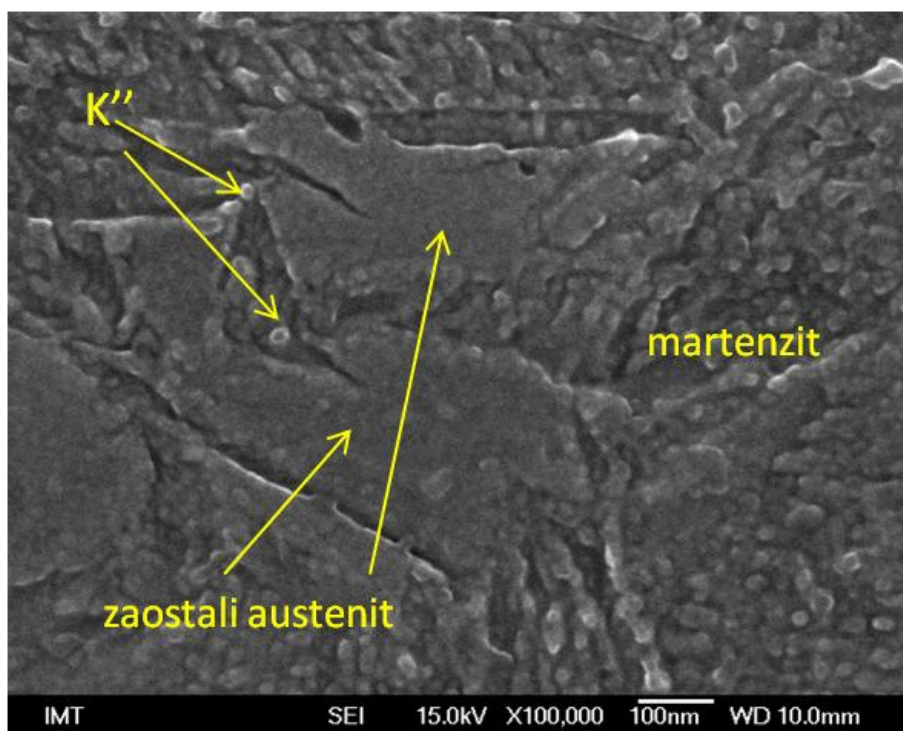
Mikrostrukturne promjene vidljive na slikama detaljnije su opisane u poglavljima 3. i 4. ovog doktorskog rada.



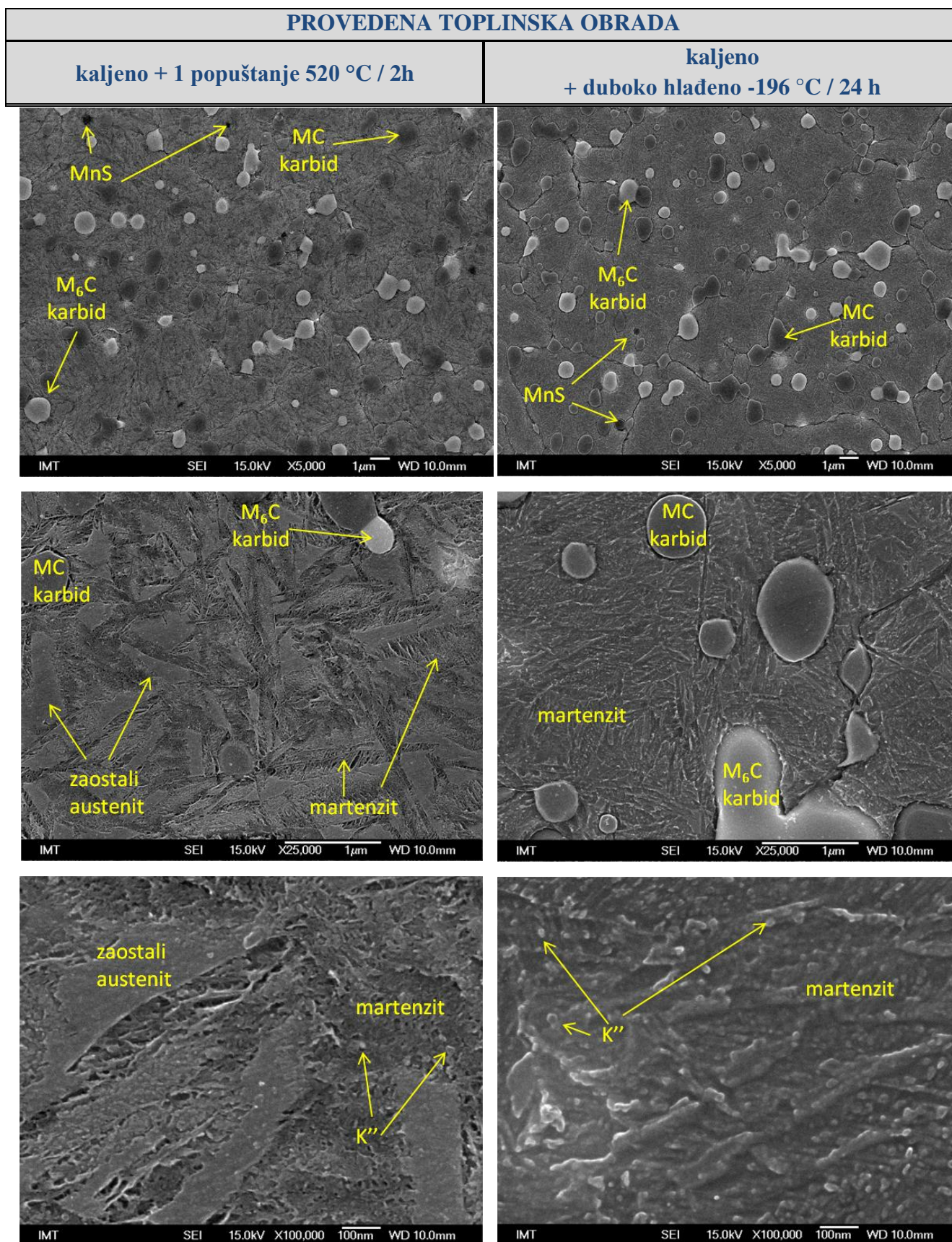
Slika 6.3: Mikrostruktura PM S390 MC brzoreznog čelika:

- a) u žarenom stanju manje povećanje
- b) u žarenom stanju veće povećanje
- c) nakon kaljenja (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji  $N_2$ ) manje povećanje
- d) nakon kaljenja (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji  $N_2$ ) veće povećanje





Slika 6.4: Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC nakon kaljenja (austenitizacija na 1130°C/6 min i gašenje u struji N<sub>2</sub>), veliko povećanje



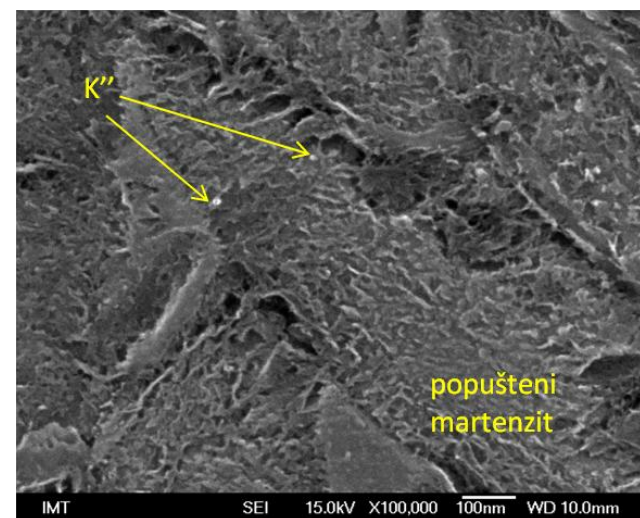
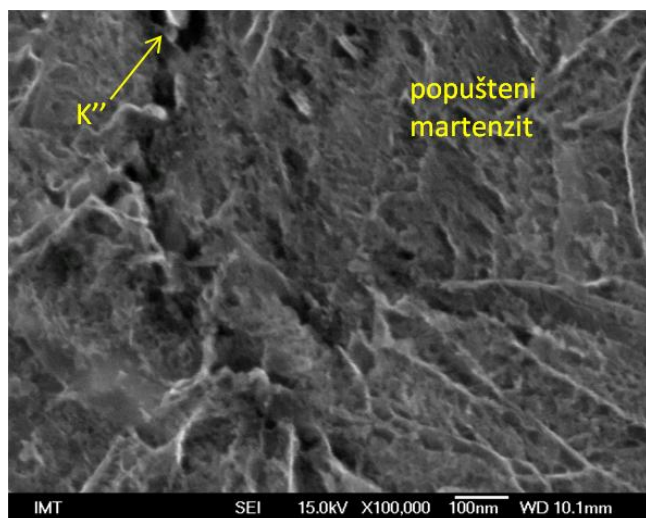
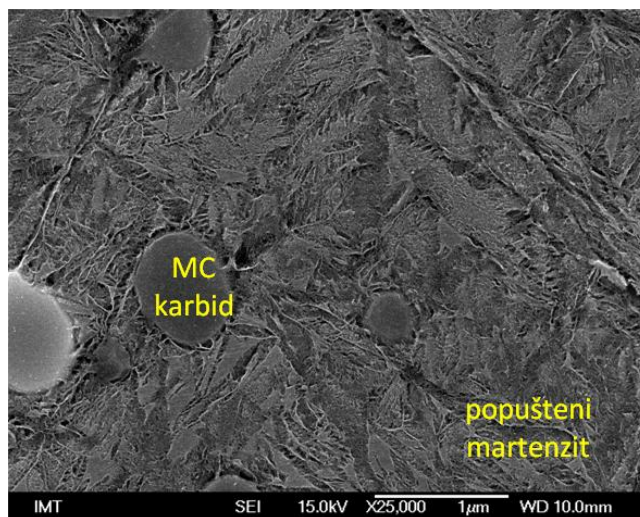
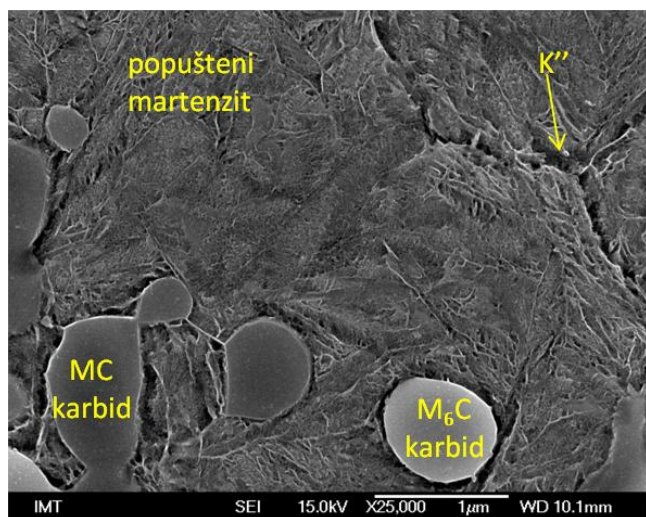
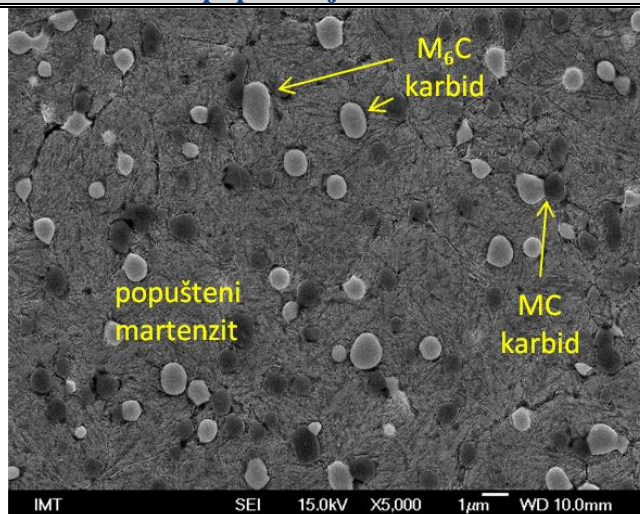
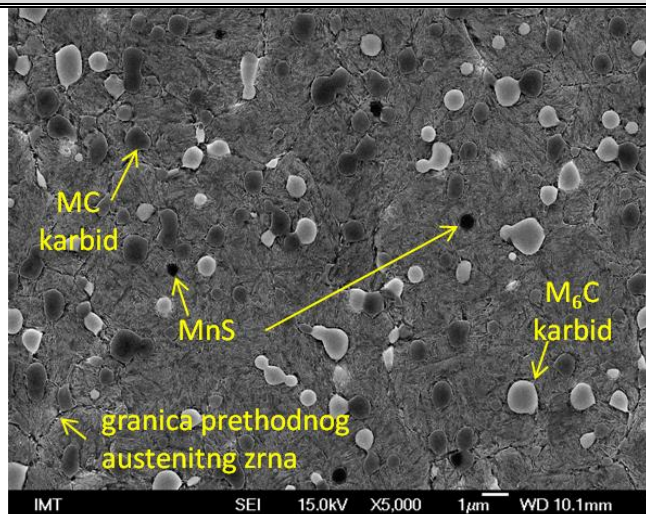
Slika 6.5: Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC nakon provedenih toplinskih obrada

- kaljeno + 1 popuštanje 520 °C / 2h
- kaljeno + duboko hladeno -196 °C / 24h



## PROVEDENA TOPLINSKA OBRADA

- kaljeno + 3 popuštanja 520/520/490 °C/2h

kaljeno + duboko hladeno -196 °C/24 h  
+ popuštanje 520 °C/2h

Slika 6.6: Mikrostruktura brzoreznog čelika PM S390 MC nakon provedenih toplinskih obrada

- kaljeno + 3 popuštanja 520/520/490 °C/2h
- kaljeno + duboko hladeno -196 °C/24 h + popuštanje 520 °C/2h

### 6.3 IONSKO NITRIRANJE (NITRIRANJE U PLAZMI IONIZIRAJUĆIH PLINOVA)

Nitriranje je općenito toplinsko kemijski postupak unošenja dušika u površinske slojeve čelika s ciljem povećanja otpornosti na trošenje. Postupak se provodi na temperaturi 510°C kod plinskog nitriranja, a u solnim kupkama (Tenifer) na 580°C. Postupak nitriranja se provodi ispod temperature  $A_1$  pa ne dolazi do mikrostrukturnih promjena jezgre već dušik ulazi u matricu gdje se veže sa željezom i legirnim elementima tvoreći nitride. Na površini nastaje zona spojeva debljine do 50  $\mu\text{m}$  i ispod toga relativno debela difuzijska zona. Zona spojeva se sastoji od  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) i  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ) nitrida i visoke je tvrdoće, ali je zbog velikih unutarnjih naprezanja vrlo krhka. Iz tog razloga nije poželjna prije nanošenja PVD prevlaka.

Nitriranje u plazmi ionizirajućih plinova provodi se u niskotlačnoj plazmi pri temperaturi koja ovisi o vrsti čelika, a može biti od 350 – 600 °C. U samom postupku, obradak koji je katoda izložen je bombardiranju iona iz plazme. Nitriranje u plazmi omogućava bolju kontrolu sastava i debljine difuzijske zone od plinskog nitriranja ili nitriranja u solnim kupkama. Pravilnim odabirom parametara može se izbjeći stvaranje zone spojeva ili je se može svesti na minimum. Ovaj postupak je posebno pogodan za naknadno nanošenja prevlake. Kombinacije toplinsko kemijske obrade (npr. nitriranja) i nanošenja tvrde zaštitne prevlake spadaju u postupke koji se nazivaju i dupleks postupci.

Nitridni sloj povećanjem tvrdoće čelika kao osnovnog materijala pruža bolju nosivost za nanošenje tvrde PVD prevlake omogućujući postizanje boljih mehaničkih i triboloških svojstava [18].

Predviđenim planom ispitivanja pojedini uzorci trebaju biti nitrirani (tablica 6.3 i 6.4) od kojih će dio nakon nitriranja biti prevučen TiAlN prevlakom.

Nitriranje uzoraka stanja DH1 i DH3 te P1 i P3 izvedeno je u plazmi ionizirajućih plinova u uređaju Metalplas Ionon BDAG GRUPPE BALCKE-DÜRR AG, u Institutu za materiale in tehnologijo u Ljubljani (slika 6.7). Sastav plinova bio je 95%  $\text{H}_2$  i 5%  $\text{N}_2$ . Postupak je proveden na temperaturi 490°C u trajanju od 2,5 h. Cilj je bio postići difuzijsku zonu debljine oko 10  $\mu\text{m}$  bez zone spojeva.



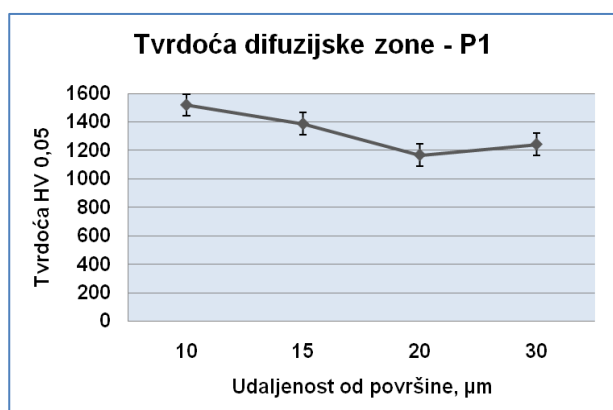


Slika 6.7: Uzorci nakon provedenog ionskog nitiranja

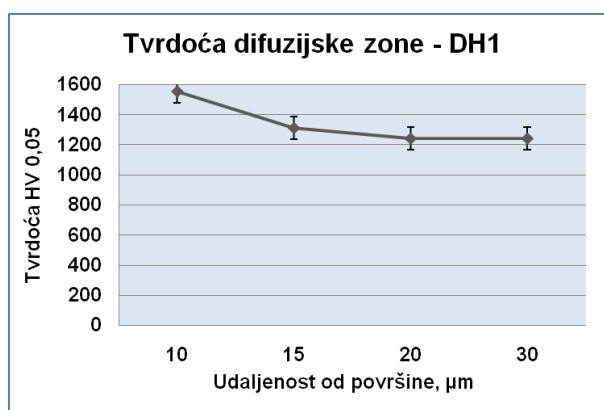
Nakon provedenog nitiranja ispitana je površinska tvrdoća i tvrdoća jezgre uzoraka, te tvrdoća difuzijske zone (slika 6.8). Tvrdoća je mjerena na po tri uzorka od svakog stanja po deset mjerenja. Srednje vrijednosti ispitane tvrdoće prikazane su u tablici 6.6.

Tablica 6.6: Vrijednosti tvrdoće jezgre i površine nakon nitiranja

oznaka stanja	P1 (P3)		DH1 (DH3)	
Tvrdoća	jezgra	površina	jezgra	površina
HV 1	917	1427	937	1352
HV 0,05	-	1508	-	1515



a)



b)

Slika 6.8: a) Tvrdoća po poprečnom presjeku uzorka P1  
b) Tvrdoća po poprečnom presjeku uzorka DH1

Nakon nitriranja došlo je do povećanja hrapavosti uzoraka. Izmjerene srednje vrijednosti hrapavosti nakon nitriranja su: uzorci za laboratorijska ispitivanja  $\Phi 22 \times 4$  mm  $R_a = 16,6$  nm,  $R_z = 0,197$   $\mu$ m, rezne oštrice  $R_a = 42,2$  nm,  $R_z = 0,462$   $\mu$ m. Mjerenja hrapavosti su izvedena u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani. Uzorci su polirani prije nanošenja TiAlN prevlake PVD postupkom.

## 6.4 NANOŠENJE TiAlN PREVLAKE PVD POSTUPKOM

### 6.4.1 Svojstva TiAlN prevlake

TiAlN prevlake koriste se već dugi niz godina kao zaštita reznih alata. Svojstva TiAlN prevlake dobro su istražena i dokumentirana u literaturi. Uz bolju otpornost na abrazijsko trošenje u usporedbi s TiN prevlakom, TiAlN prevlaka također osigurava i bolju otpornost prema oksidaciji, posebno pri povišenim temperaturama. Glavna prednost TiAlN prevlake pred drugim prevlakama je stvaranje gustog, vrlo adhezivnog zaštitnog sloja  $Al_2O_3$ . Taj pasivacijski sloj koji nastaje pri zagrijavanju na površini alata smanjuje difuziju između prevlake/alata i obratka. Druga prednost u upotrebi ove prevlake za rezne alate je njezina slaba toplinska vodljivost. Time se znatno više topline iz sustava odvodi preko odvojene čestice i smanjuje ugrijavanje alata. To omogućuje korištenje znatno većih brzina rezanja jer je toplinsko opterećenje podloge tj. osnovnog materijala alata znatno manje. U tablici 6.7 navedena su svojstva TiAlN prevlake.

Tablica 6.7: Svojstva TiAlN prema Balzers-u

Tvrdoća, HV	Faktor trenja prema čeliku	Temperatura nanošenja, °C	Debljina prevlake, $\mu$ m	Maksimalna radna temp., °C	Toplinska stabilnost	Otpornost na abrazijsko trošenje	Otpornost na adhezijsko trošenje	Boja
3000 - 3500	0,4	450 - 500	1 - 5	800	+++++	+++++	+++	Ljubičasto siva

Zbog vrlo dobre oksidacijske postojanosti i otpornosti na trošenje, ova prevlaka se posljednjih desetak godina koristi za zaštitu reznih alata za obradu zahtjevnih materijala pri velikim brzinama rezanja. Pogodna je za suhu obradu (bez sredstava hlađenja i podmazivanja) ili uz minimalno hlađenje, npr. hlađenje zrakom, jer je postojana do 800°C. Zbog toga je posebno pogodna za zaštitu alata za obradu legura Ti i Ni, nehrđajućeg čelika, legiranih čelika te Fe lijevova. TiAlN prevlaka se gotovo kod svih postupaka rezanja pokazala boljom od TiN i Ti(C,N) prevlaka [45], a osim za zaštitu reznih alata upotrebljava se i kod alata za oblikovanje, koji rade pri velikim opterećenjima. Radi svih iznesenih prednosti upravo je ova prevlaka odabrana u ovom radu.

### 6.4.2 Nanošenje TiAlN prevlake

TiAlN prevlake nanose se postupkom fizikalnog taloženja iz parne faze tj. PVD (physical vapour deposition) postupkom. PVD postupak uključuje atomizaciju ili isparavanje materijala iz izvora u čvrstom stanju i njegovog nanošenja na materijal podloge u obliku tanke tvrde prevlake.

Podjela PVD postupaka nanošenja prevlake učinjena je prema načinu prevođenja materijala prevlake u plinovito stanje na:

- Isparavanje (evaporation)
- Raspršivanje (sputtering)
- Ionsko prevlačenje (ion plating)

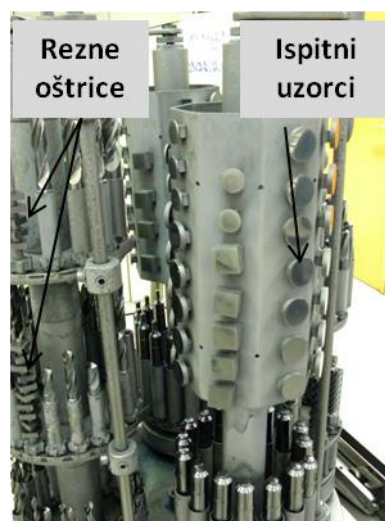
Izvor materijala prevlake kod isparavanja može se zagrijavati električnim otporom, vrtložnim strujama, elektronskim snopom, laserskim snopom i lučnim izbojem. Raspršivanje može biti magnetno i pulsno. TiAlN prevlake moguće je nanijeti postupkom raspršivanja magnetskim poljem (magnetron sputtering) i postupkom isparavanja s katodnim lukom (katodic arc evaporation).

Na uzorke ispitivane u ovom radu TiAlN prevlaka je nanesena PVD postupkom raspršivanja magnetskim poljem (unbalanced magnetron deposition, sputter source) u uređaju CemeCom CC800,6. Prevlačenje je provedeno u Institutu „Jožef Stefan“, Center za trde prevlake, u Ljubljani.

Uzorci su prošli postupak mehaničkog i kemijskog čišćenja prije smještanja u uređaj. Prije samog prevlačenja u uređaju je provedeno još i ionsko nagrivanje u trajanju od 30 min pri čemu je s površine odstranjen sloj debljine oko 0,1  $\mu\text{m}$ . Nagrivanje je provedeno u smjesi 90% argona i 10% kriptona. Zagrijavanje na temperaturu prevlačenja od 450 °C trajalo je 1h. Sama depozicija je trajala 9000 s (2,5h). Rotacija uzoraka za laboratorijska ispitivanja pri depoziciji je bila dvostruka, a rotacija reznih pločica trostruka (slika 6.9).



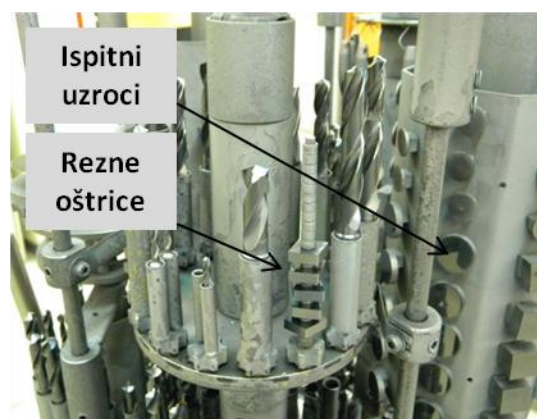
a)



b)



c)



d)

Slika 6.9: Smještaj uzoraka tijekom prevlačenja PVD postupkom

Uređaj ima 4 mete (izvora) TiAl. Snaga na metama je bila 8 kW, napon na metama iznosio je 400 – 500 V, struja je bila 10 A.

## 6.5 LABORATORIJSKA ISPITIVANJA NA UZORCIMA BEZ PREVLAKE

### 6.5.1 Metalografska analiza

Metalografska analiza uzoraka provedena je u Institutu za materijale in tehnologijo u Ljubljani na FE SEM (eng. field emission scanning electron microscope) JEOL JSM – 6500F prikazan na slici 6.10, TEM (eng. transmission electron microscope) JEOL JEM – 2100 Electron microscope.



a)



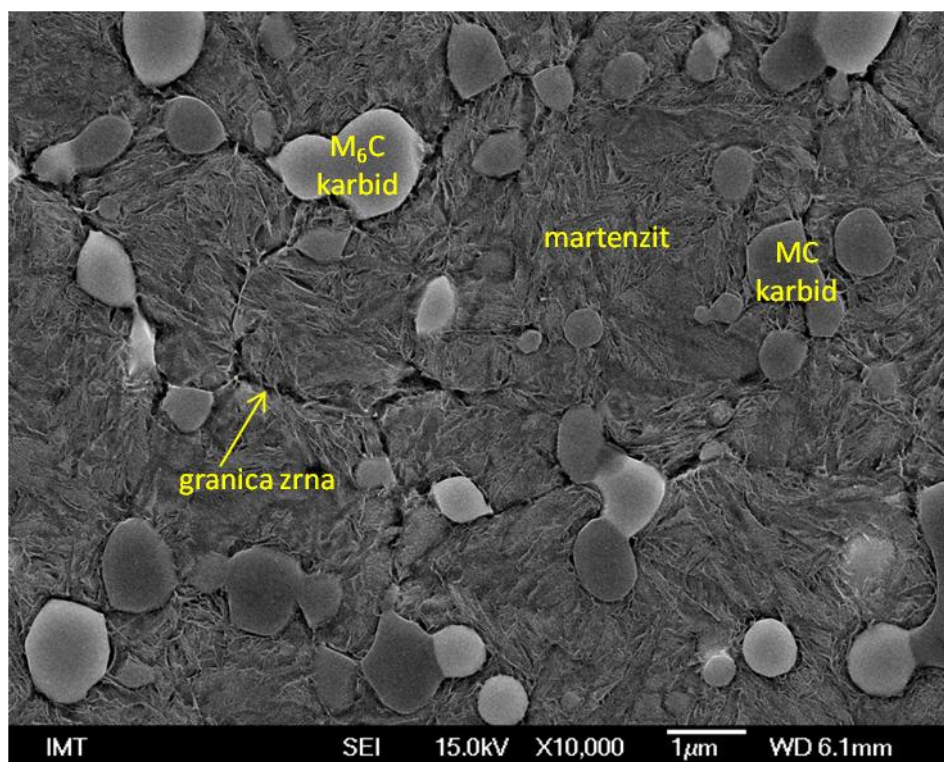
b)

Slika 6.10: Mikroskopi: a) FE SEM JEOL JSM – 6500F  
b) TEM JEOL JEM – 2100 Electron microscope

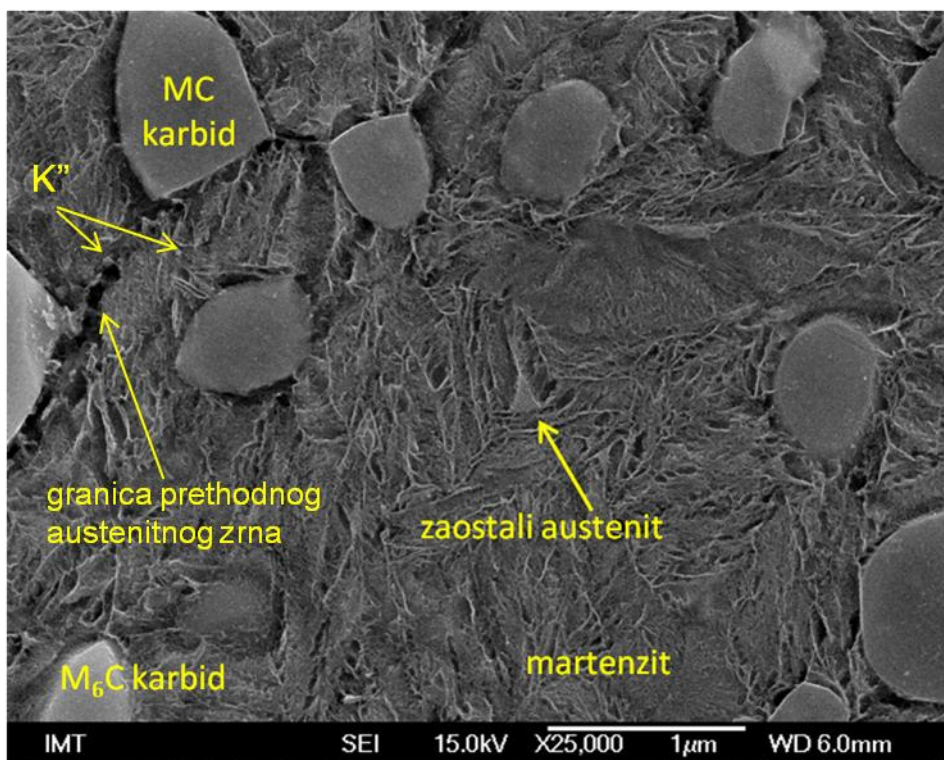
### *Analiza mikrostrukture*

Na slici 6.11 prikazana je mikrostruktura uzorka P0. Mikrostruktura uzoraka razvijena je nagrivanjem nitalu (3%  $\text{HNO}_3$  u alkoholu) te slikana s različitim povećanjima.





a)

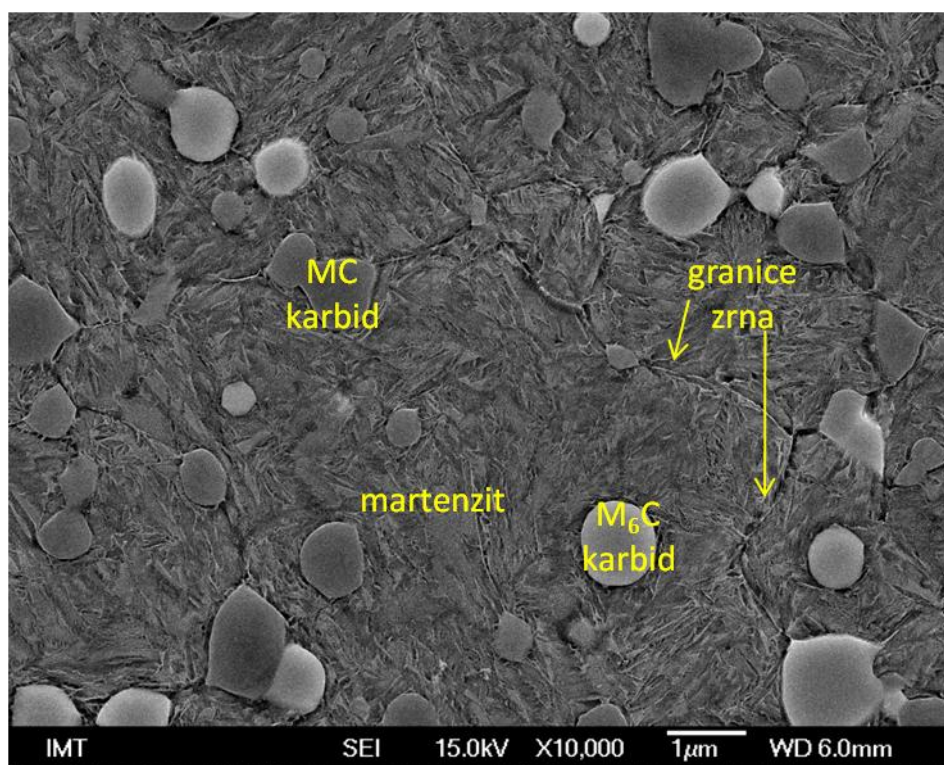


b)

Slika 6.11: Mikrostruktura uzorka P0 a) manje povećanje b) veće povećanje

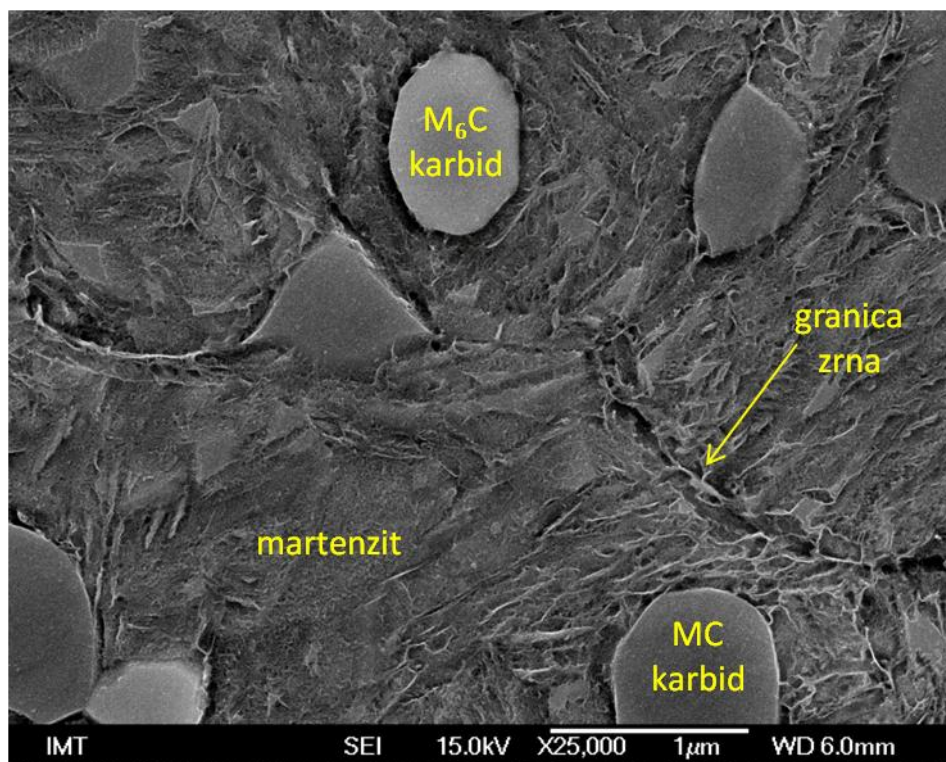
Na slikama uzorka P0 vidljiva je tipična mikrostruktura brzoreznog čelika dobivenog metalurgijom praha nakon provedene toplinske obrade kaljenja. Kuglasti karbidi, promjera manjeg od  $1\mu\text{m}$  su ravnomjerno raspoređeni u martenzitoj matrici. Vidljive su dvije vrste karbida, svjetliji  $\text{M}_6\text{C}$  volfram karbidi ( $\text{Fe}_6\text{W}_6\text{C}$ ) i tamniji MC vanadij karbidi (VC). Korištenjem IMAGE J programa za analizu slike volumni udio karbida je procijenjen na  $12,7 \pm 0,8\%$  za MC karbide (tamnije) i  $4,2 \pm 0,3\%$  za  $\text{M}_6\text{C}$  karbide (svjetlije) [52]. U matrici je mjestimično uočena minimalna količina zaostalog austenita.

Na slikama 6.12 prikazana je mikrostruktura duboko hlađenog uzorka DH0, nagriženog nitalom.



a)





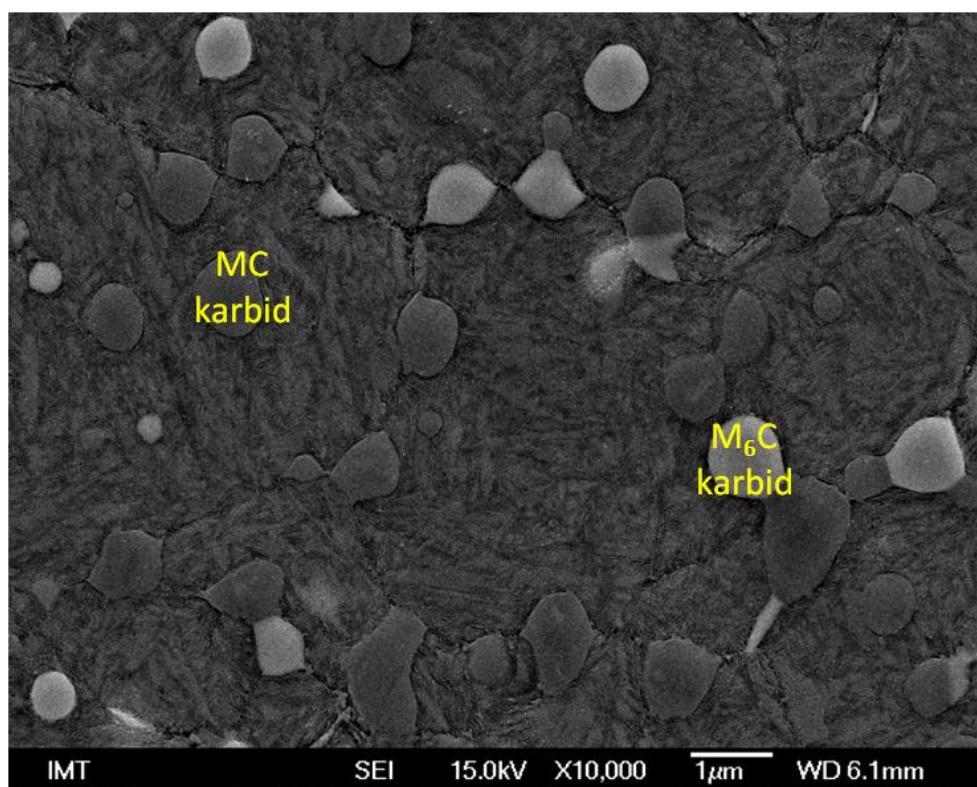
b)

Slika 6.12: Mikrostruktura duboko hlađenog uzorka DH0 a) manje povećanje b) veće povećanje

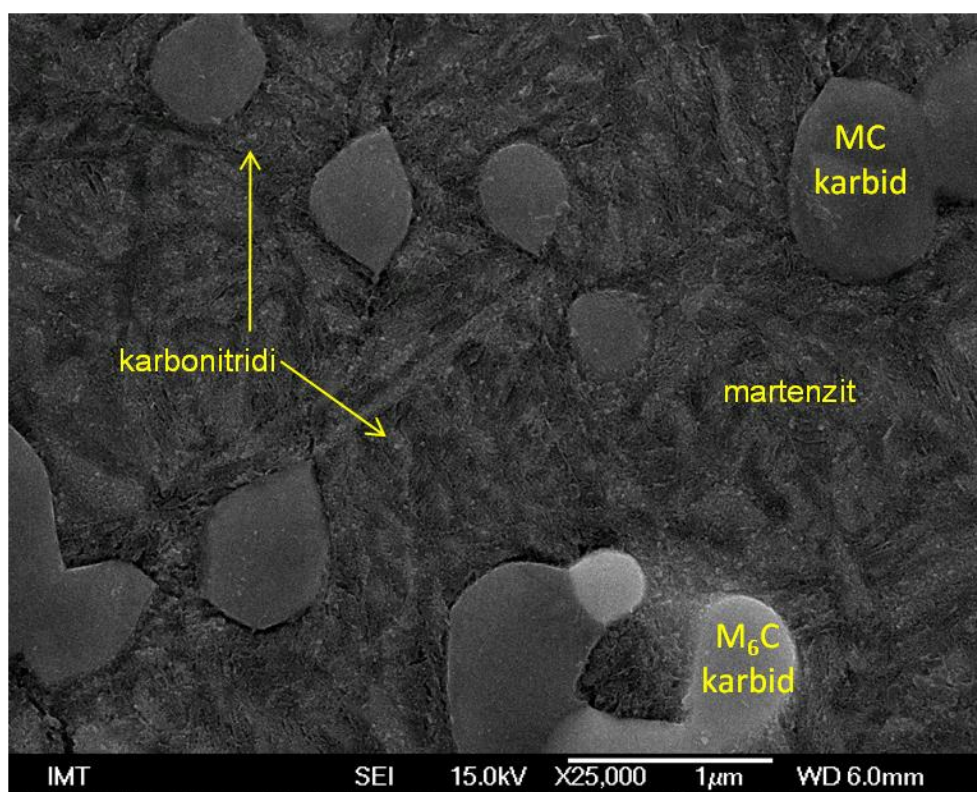
Usporedbom mikrostrukture uzoraka P0 i DH0 nije uočena bitna razlika. Čini se da su iglice martenzita nešto finije u duboko hlađenom stanju. Nanometarske  $\eta$ -karbide nije bilo moguće vidjeti na skenirajućem elektronskom mikroskopu.

Na slici 6.13 prikazana je mikrostruktura uzorka P1, klasično toplinski obrađenog i nitriranog na udaljenosti od oko  $5\mu\text{m}$  od površine, tj. na polovici difuzijske zone. Na većim povećanjima su uočene sitne fino raspršene kuglice za koje se pretpostavlja da su karbonitridi. Na slikama je vidljivo da je martenzitna matrica tamnija nego kod ne nitriranih uzorka što je posljedica nitriranja i intenzivnijeg nagrivanja matrice nitalom.





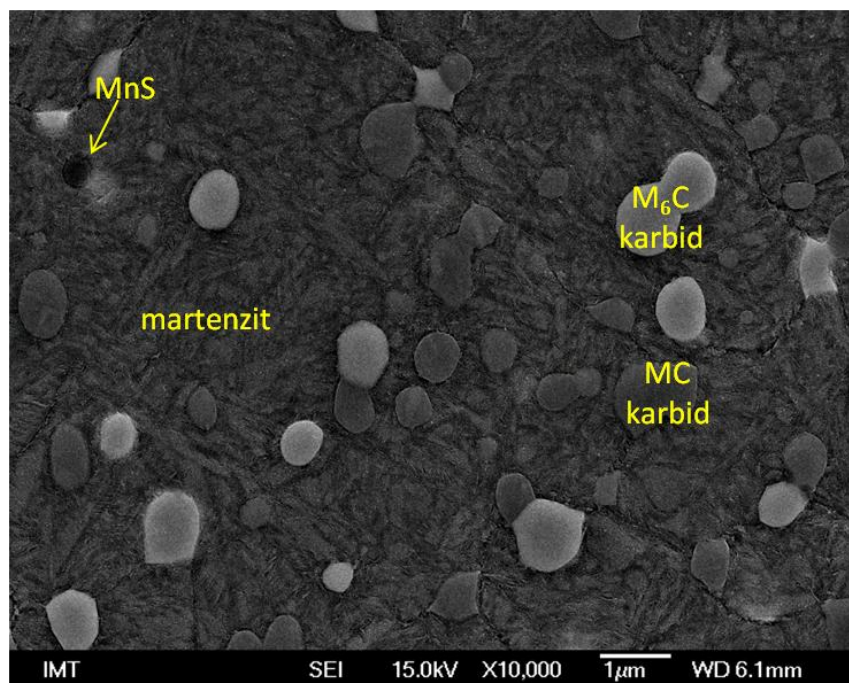
a)



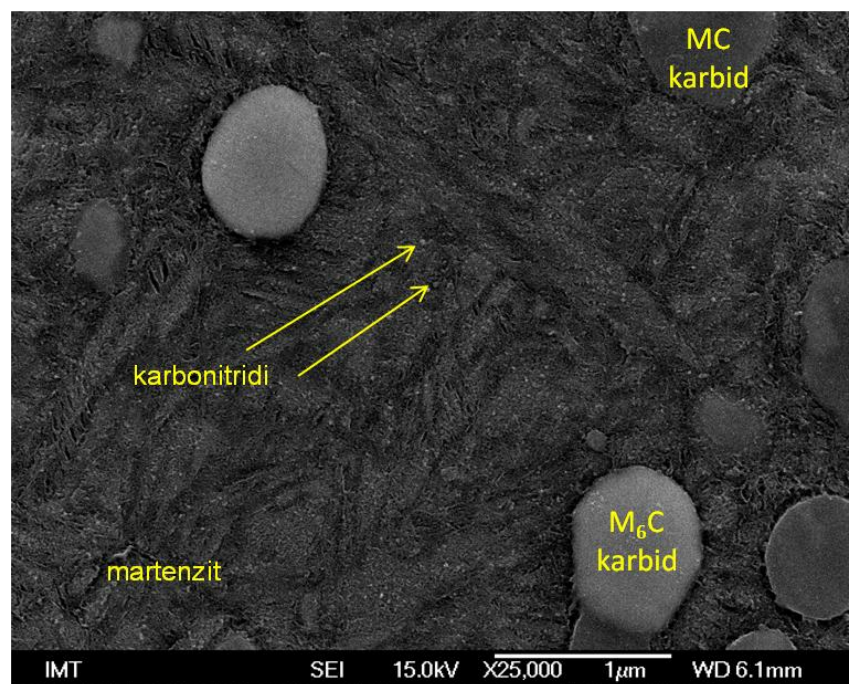
b)

Slika 6.13: Mikrostruktura difuzijske zone uzorka P1, a) manje povećanje b) veće povećanje

Na slici 6.14 prikazana je mikrostruktura uzorka DH1, duboko hlađenog i nitriranog. Veća povećanja su također slikana na udaljenosti oko  $5\mu\text{m}$  od površine, na polovici difuzijske zone. Usporedbom mikrostrukture nitriranih uzoraka P1 i DH1 nisu uočene nikakve značajne razlike.



a)



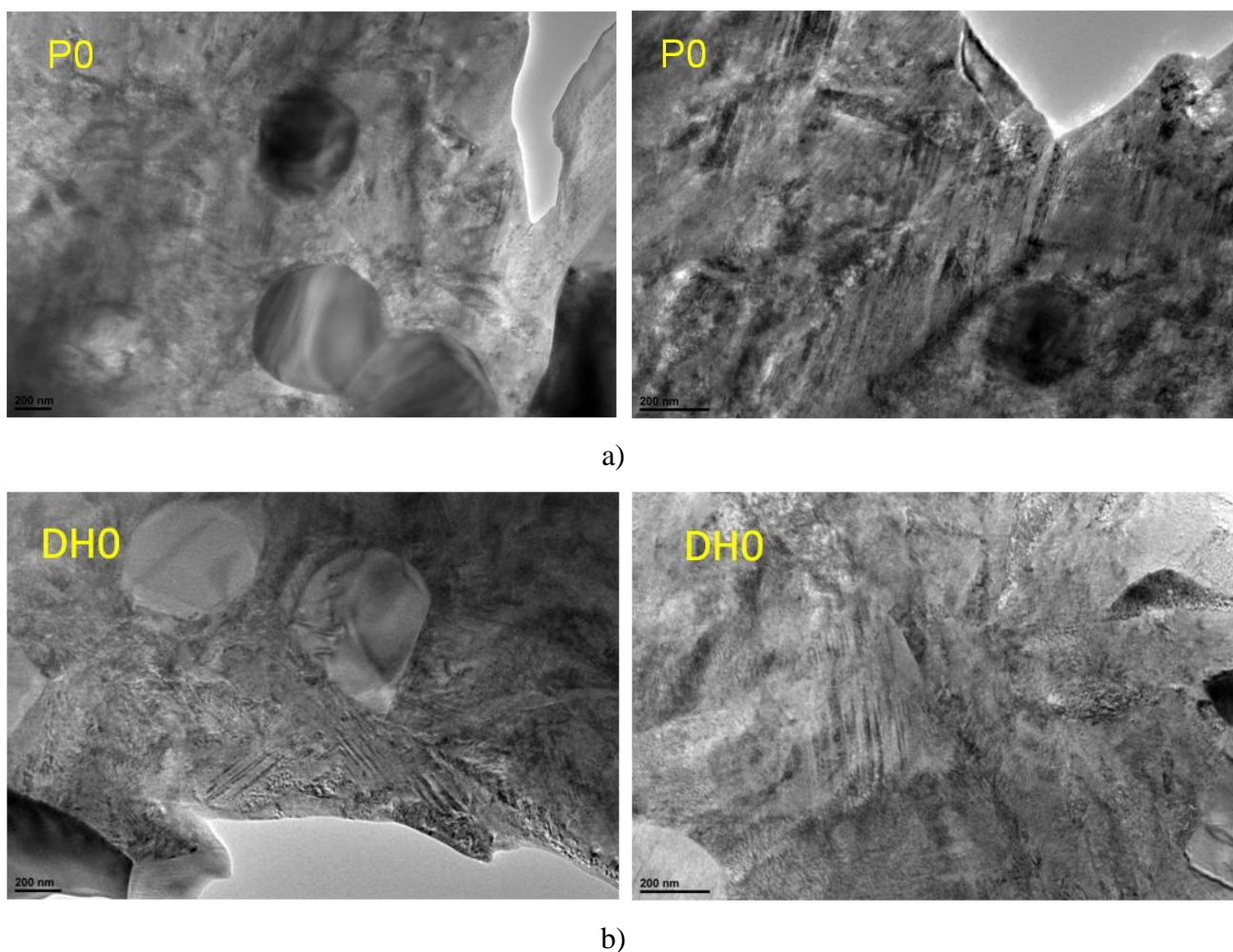
b)

Slika 6.14: Mikrostruktura difuzijske zone uzorka DH1, a) manje povećanje b) veće povećanje



**TEM analiza**

Uzorci stanja P0 i DH0 analizirani su i na transmisijskom elektronskom mikroskopu. Uzorci su pripremljeni u obliku tanke folije. Izrezani su na dimenzije 3 x 1 x 0,1 mm. Dalje stanjivanje uzoraka provedeno je pomoću iona u uređaju JEOL – ION SLICER 9000. Analiza uzoraka provedena je na transmisijskom mikroskopu JEOL JEM – 2100 Electron microscope u Institutu za materijale in tehnologijo u Ljubljani. Na slici 6.15 prikazana je mikrostruktura uzorka P0 i DH0.

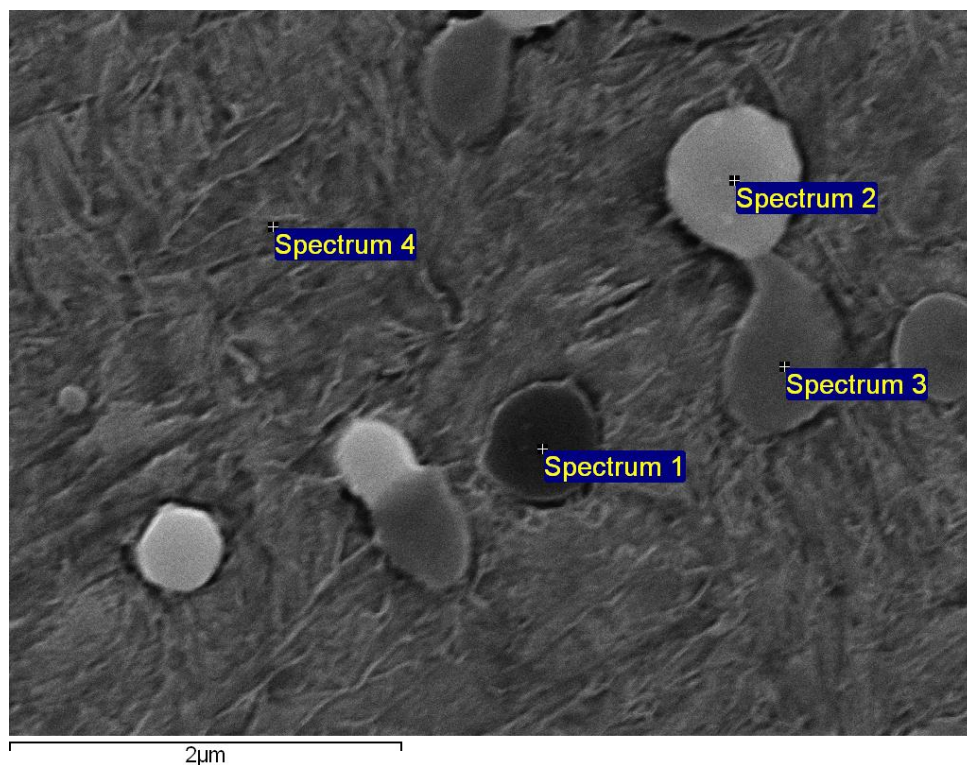


Slika 6.15: TEM fotografije tanke folije uzoraka

- a) P0 manje i veće povećanje
- b) DH0 manje i veće povećanje

**EDS analiza**

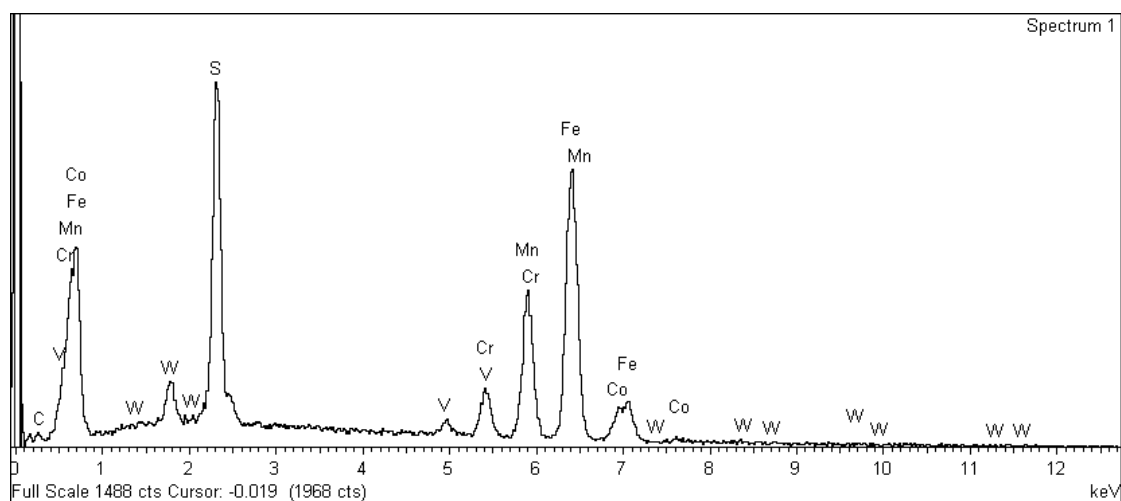
Na FE SEM Jeol JSM – 6500F napravljena je EDS (eng. energy dispersive x-ray spectroscopy) analiza uzorka P0. Na slici 6.16 prikazana su mikrostrukturne faze na kojima je provedena EDS analiza radi utvrđivanja prisutnih kemijskih elemenata, a u tablici 6.8 prikazan je maseni udio prisutnih kemijskih elemenata na pojedinim ispitnim mjestima. Slike 6.17 – 6.20 prikazuju EDS spektre kemijskih elemenata dobivenih na analiziranim ispitnim mjestima.



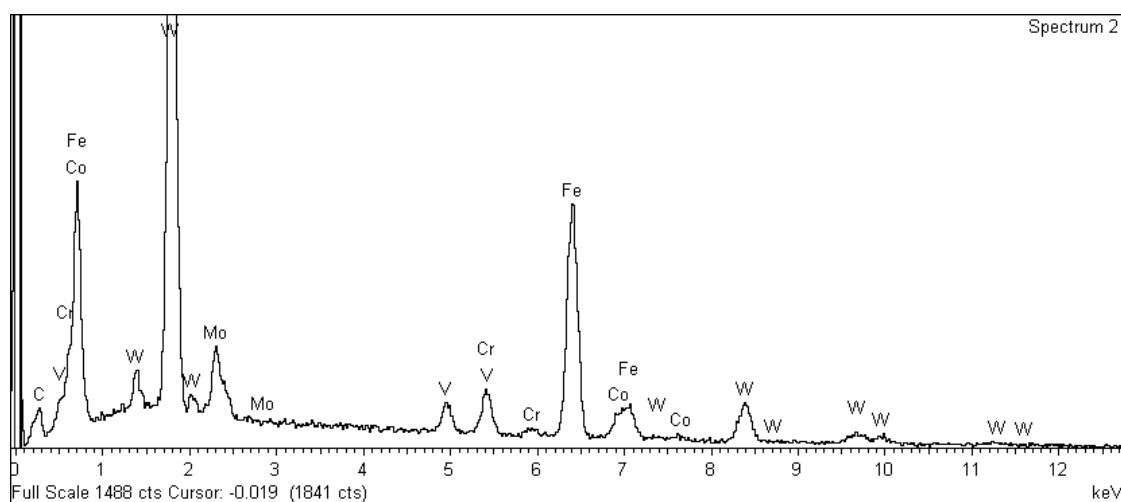
Slika 6.16: Ispitna mjesta na kojima je provedena EDS analiza

Tablica 6.8: Kemijski sastav dobiven EDS analizom na prikazanim ispitnim mjestima

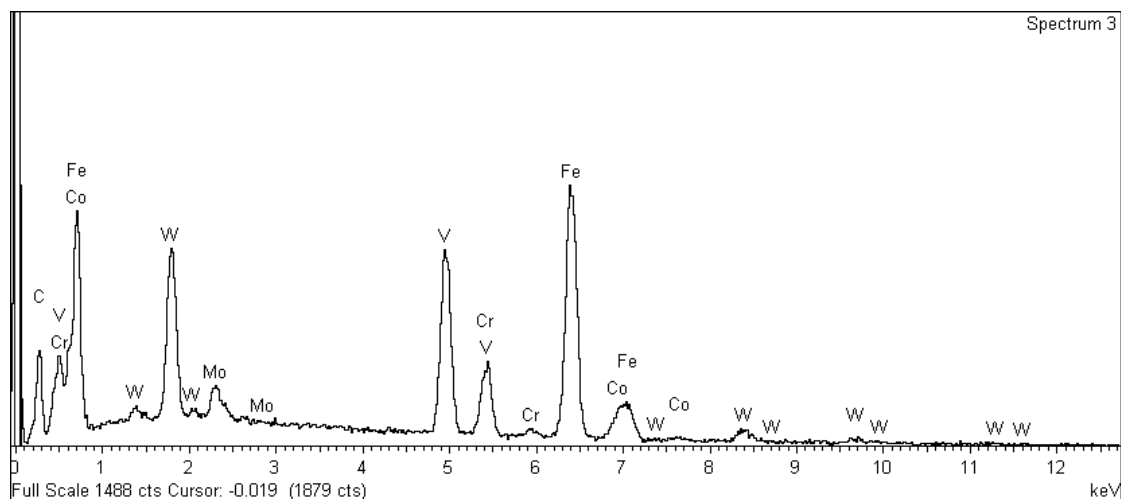
Processing option : All elements analysed (Normalised)											
Spectrum	In stats.	C	S	V	Cr	Mn	Fe	Co	Mo	W	Total
Spectrum 1	Yes	1.57	12.26	1.09	4.92	20.95	49.69	5.82		3.71	100.00
Spectrum 2	Yes	4.44		2.46	3.84		35.98	4.27	5.99	43.03	100.00
Spectrum 3	Yes	11.88		16.46	5.26		44.48	5.18	2.91	13.83	100.00
Spectrum 4	Yes	3.20		2.24	4.91		74.06	8.34	1.13	6.11	100.00
Max.		11.88	12.26	16.46	5.26	20.95	74.06	8.34	5.99	43.03	
Min.		1.57	12.26	1.09	3.84	20.95	35.98	4.27	1.13	3.71	
All results in weight%											



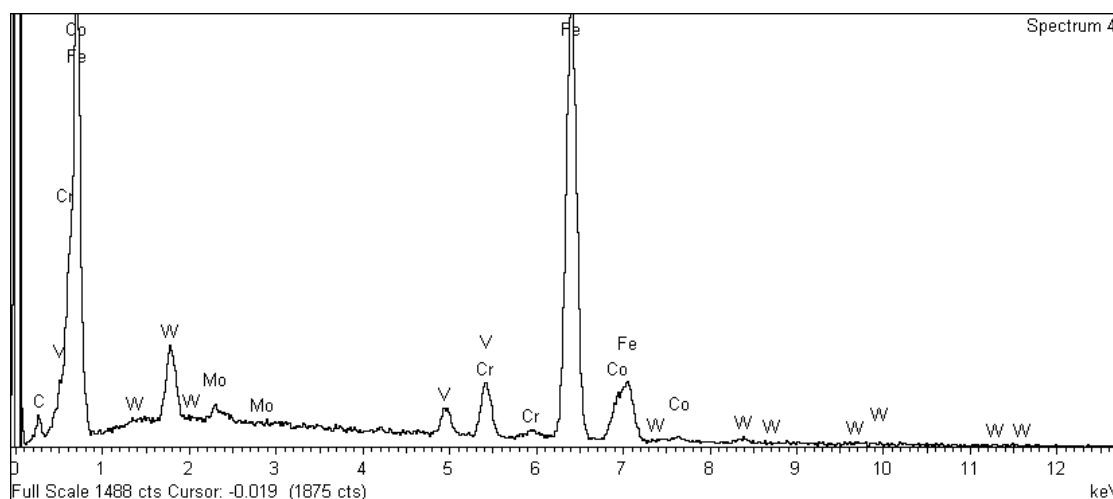
Slika 6.17: EDS spektar prvog ispitnog mjesta



Slika 6.18: EDS spektar drugog ispitnog mjesta



Slika 6.19: EDS spektar trećeg ispitnog mjesta



Slika 6.20: EDS spektar četvrtog ispitnog mjesta

EDS analiza je potvrdila prisutnost slijedećih kemijskih elemenata:

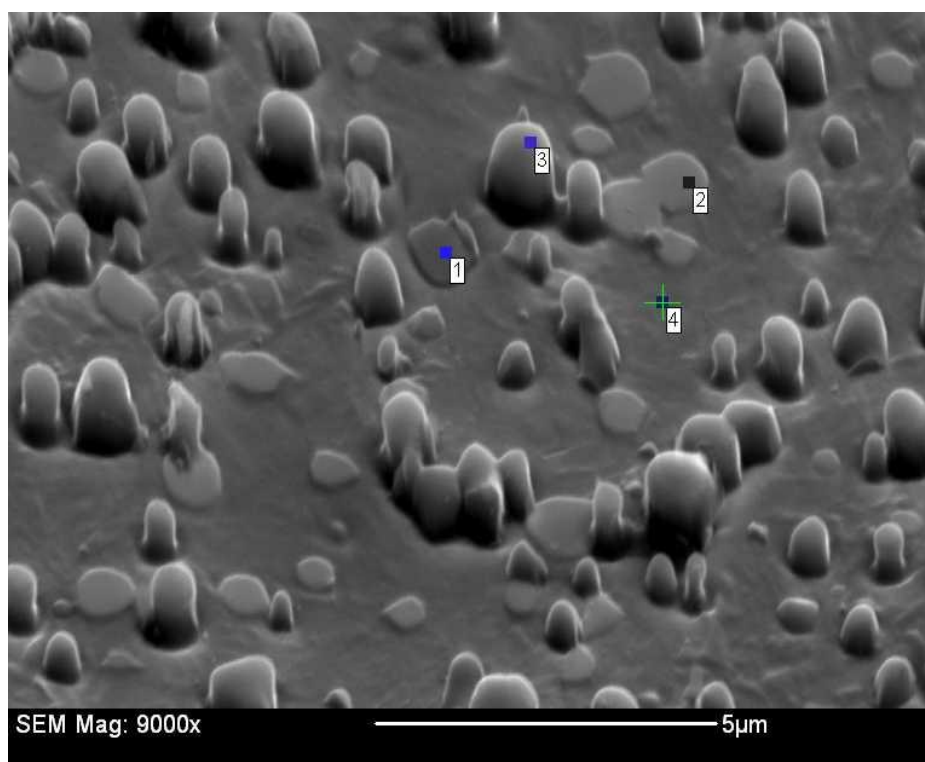
- na prvom mjestu analize detektirani su Mn i S, dodatnom kemijskom analizom obavljenom na IMT, Ljubljana na uređaju ELTRA CS-800 utvrđeno je 0,024% sumpora u sastavu PM S390 MC brzoreznog čelika. Obzirom na Gibbsove slobodne energije tvorbe sulfida [30], najveću tendenciju stvaranja sulfida ima mangan, nakon toga slijedi krom, pa molibden i željezo. Usljed toga moguće je zaključiti da su faze u mikrostrukturi koje su crne boje MnS ili vjerojatnije sustav kompleksnih sulfida  $(\text{Mn, Cr, Fe})_x\text{S}_y$
- na drugom ispitnom mjestu utvrđena je prisutnost velikog udjela volframa, tip karbida koji se očekuje prema [52] je  $\text{M}_6\text{C}$ , volfram karbid  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  ili sustav kompleksnih karbida  $\text{Fe}_3(\text{W, Cr, Mo, V})_3\text{C}$
- na trećem ispitnom mjestu detektirana je prisutnost volframa i vanadija pa se ovom analizom ne može sa sigurnošću zaključiti o kojoj vrsti karbida je riječ, da li se radi samo o jednoj vrsti karbida ili o kompleksnom karbidu; u mikrostrukturi se još očekuje prisutnost vanadij karbida, tipa MC, VC ili  $(\text{V, W, Mo})\text{C}$
- u četvrtoj ispitnoj točki detektirana je željezna matica odnosno martenzit.

EDS analiza je provedena samo na uzorku stanja P0 jer su i klasičnom toplinskom obradom i dubokim hlađenjem eutektički karbidi ostali neotopljeni u martenzitoj matrici. Razlike koje se očekuju, a to je pojava nanometarskih  $\eta$ -karbida prilikom dubokog hlađenja [4, 37, 38, 43], ne mogu se vidjeti klasičnim metodama analize mikrostrukture već se očekuje da će ih se vidjeti samo na transmisivskom elektronskom mikroskopu.

### ***EBSD analiza***

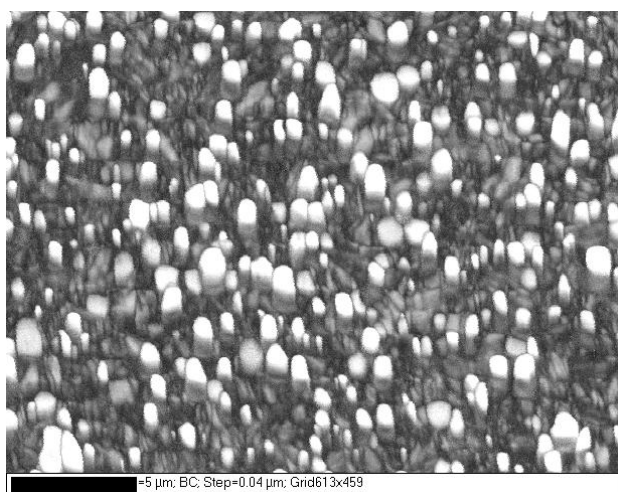
EBSD analiza (eng. electron backscattered diffraction) je tehnika za mikrostrukturno-kristalografsku analizu koja se uobičajeno koristi za faznu analizu i orijentaciju kristala. Ovom tehnikom moguće je identificirati i indeksirati svih sedam kristalografskih sustava te se koristi pri određivanju orijentacije kristala, identifikacije faza, granica zrna, morfologije itd. Dubina prodiranja elektrona pri EBSD analizi je 50 nm. EBSD analiza je provedena radi potvrđivanja vrste karbida prema kristalnoj rešetci.

EBSD analiza se provodi pomoću skenirajućeg elektronskog mikroskopa koji je opremljen s kamerom za pozadinsku difrakciju. Polirani uzorak se analizira pod kutom od  $70^\circ$  u odnosu na CCD kameru sa senzorom od fosfora. Na slici 6.21 prikazana je slika dobivena na FE SEM dijela uzorka P0 pod kutom od  $70^\circ$  (eng. band contrast image) na kojem je provedena EBSD analiza. Pri analizi elektroni dolaze do uzorka, odbijaju se od kristalografskih ravnina i padaju na senzor od fosfora koji pri tom sjaji, a tu svjetlost detektira CCD kamera. Obzirom na kut pod kojim se odbijaju elektroni tvore određeni poredak koji se često naziva „electron backscatter pattern“ (EBSP). Softver uspoređuje dobiveni uzorak s bazom podataka te prepoznaje ispitivanu mikrostrukturnu fazu. EBSD analiza provedena je na FE SEM Jeol JSM-6500F. Na slici 6.22 prikazani su rezultati fazne analize pomoću EBSD tehnike provedene na uzorcima P0 i DH0.

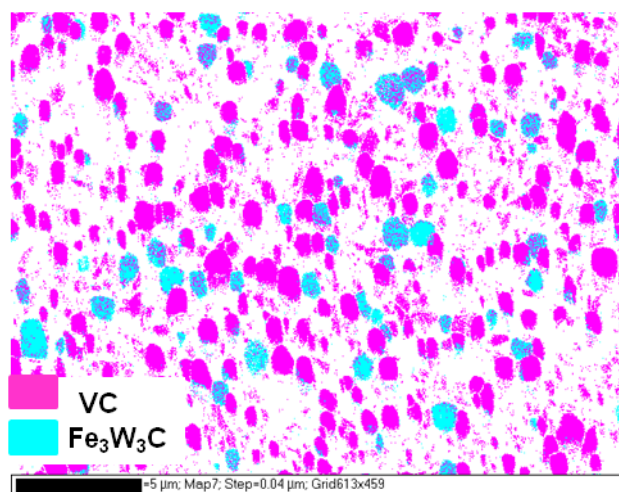


Slika 6.21: FE SEM slika poliranog uzorka DH0 pod kutom od  $70^\circ$

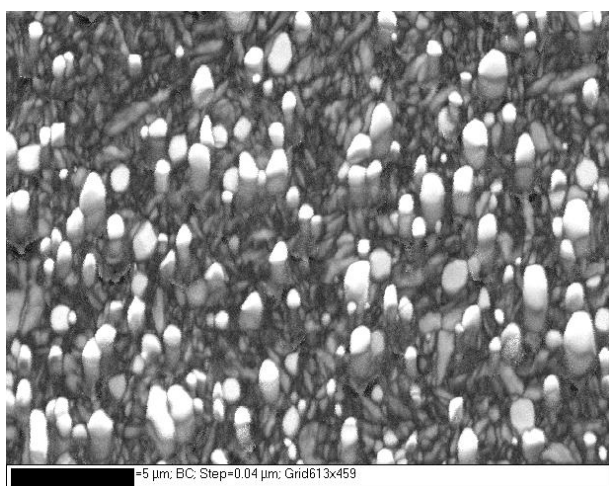




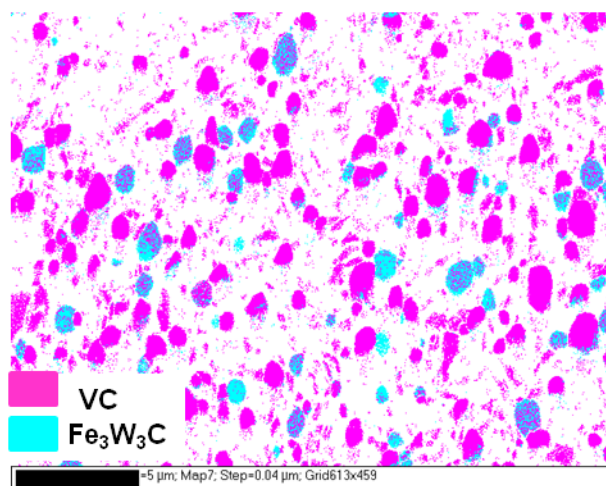
a)



b)



c)



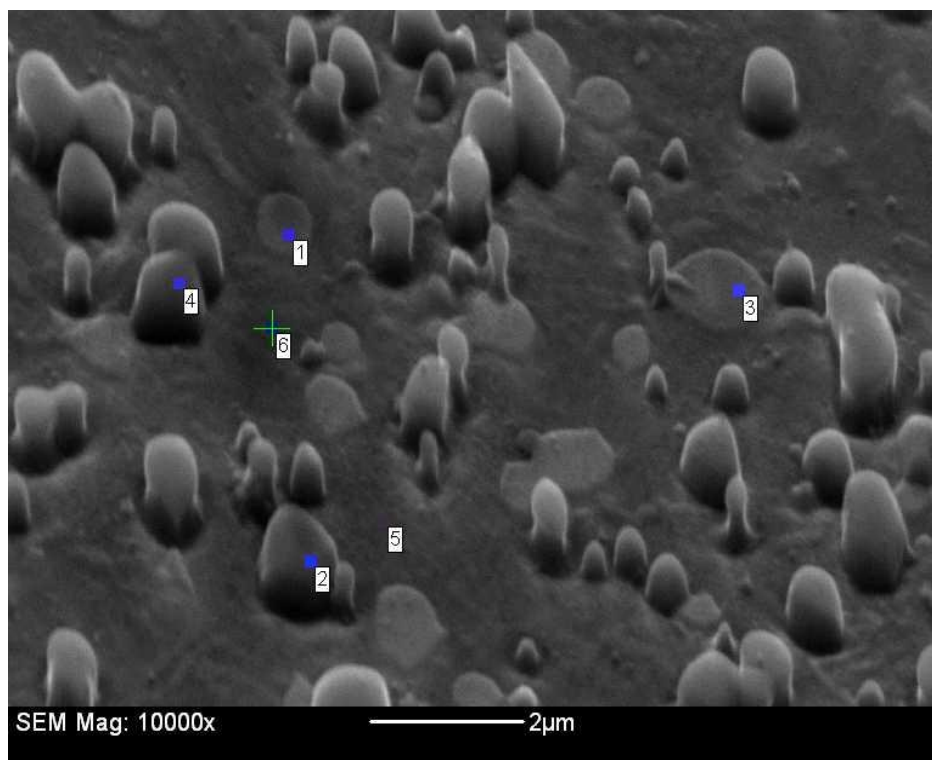
d)

Slika 6.22: Fazna EBSD analiza ispitnih uzoraka P0 i DH0:

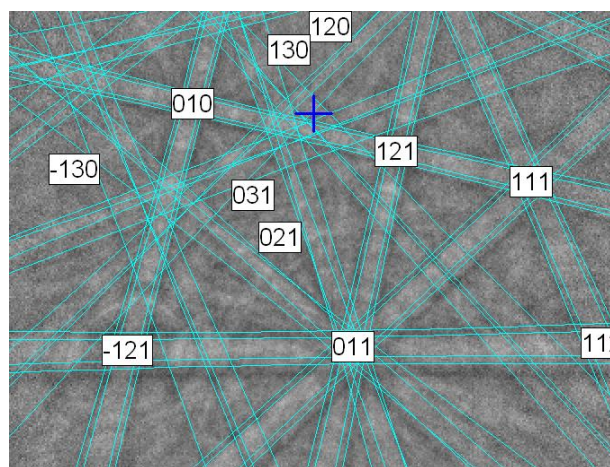
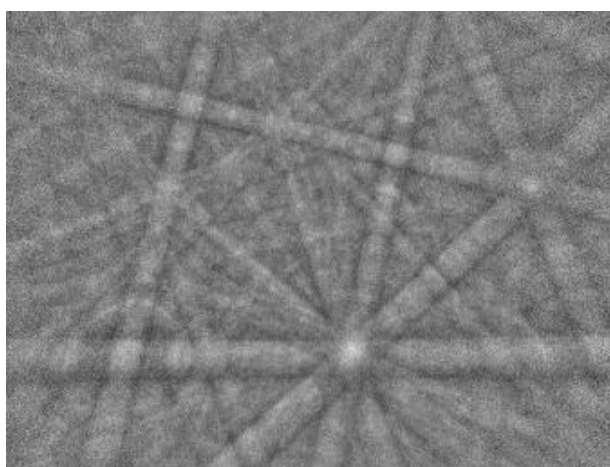
- a) uklonska slika uzorka P0
- b) analiza faza uzorka P0
- c) uklonska slika uzorka DH0
- d) analiza faza uzorka DH0

Analiza je rađena na uzorku stanja P0, a analizirana mjesta na kojima je analiza provedena prikazani su na slici 6.23 Na slikama 6.24, 6.25 i 6.26 prikazane su EBSD slike analiziranih faza u mikrostrukтури PM S390 MC brzoreznog čelika.





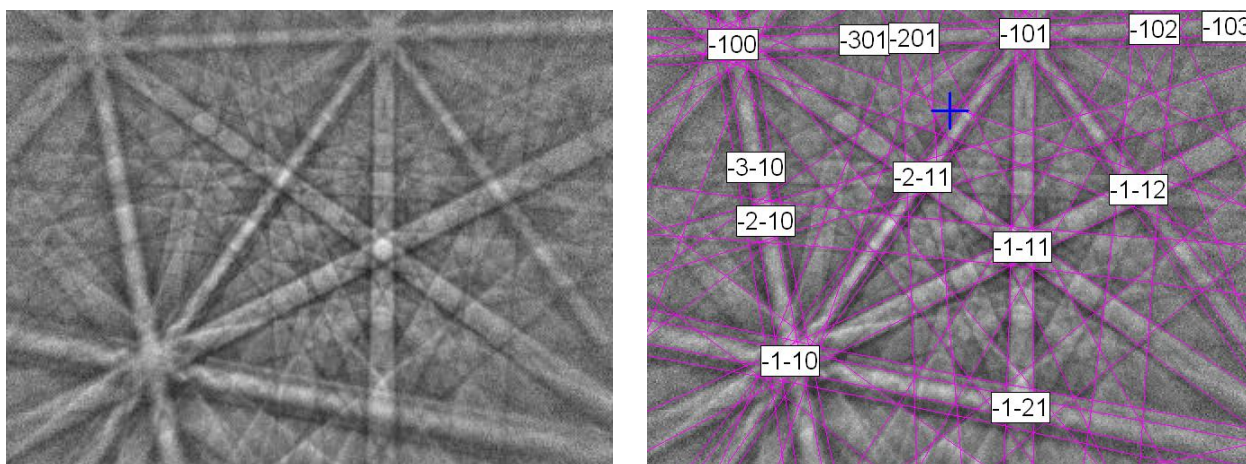
Slika 6.23: Ispitna mjesta analize mikrostrukturnih faza EBSD metodom na uzorku P0



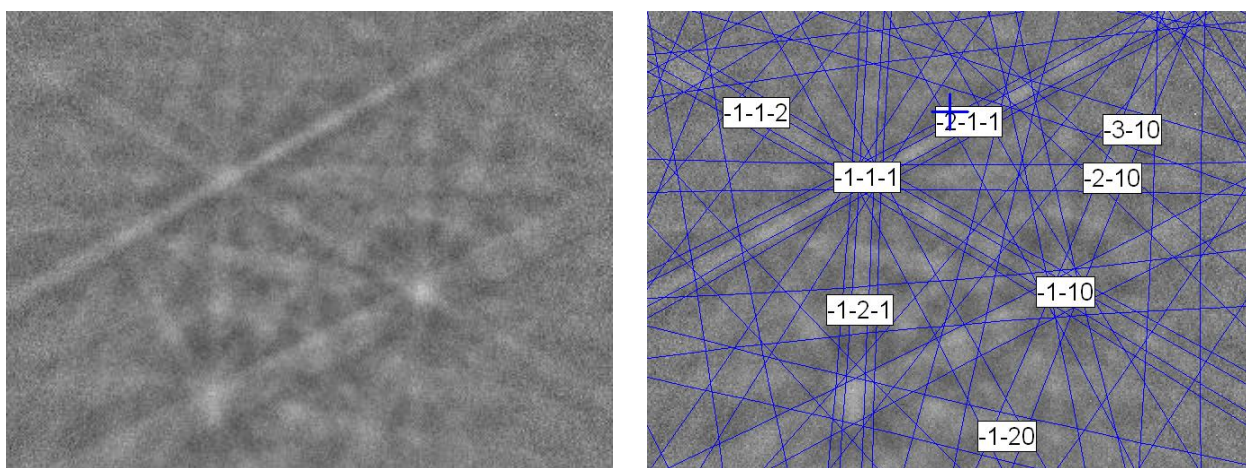
a)

b)

Slika 6.24: Prvo mjesto analize,  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ : a) EBSD slika, b) indeksirana EBSD slika  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$

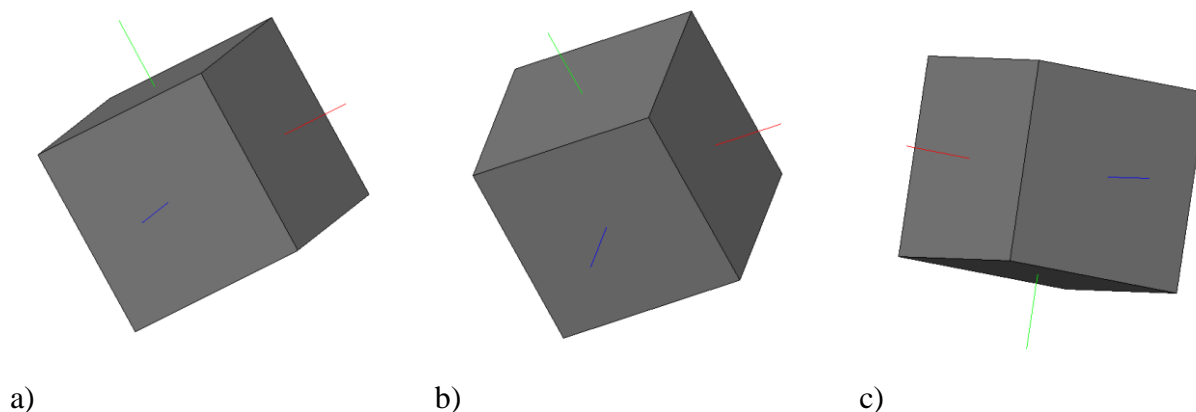


a) b)  
Slika 6.25: Četvrto mjesto analize, VC: a) EBSD slika, b) indeksirana EBSD slika VC



a) b)  
Slika 6.26: Peto mjesto analize, martenzit: a) EBSD slika, b) indeksirana EBSD slika martenzita

EBSD faznom analizom utvrđena je prisutnost volfram karbida,  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  i vanadij karbida, VC u martenzitnoj matrici što je prikazano na slikama 6.24 i 6.25. Na slici 6.26 prikazane su kristalografske ravnine martenzita. Vidljivo je da ravnine nisu jasno izražene kao kod karbida. Razlog tome je izvitoperenost kristalnih rešetki martenzita uslijed ulaska atoma ugljika u BCC kristalne rešetke  $\alpha - \text{Fe}$  (čime je nastala BCT kristalna rešetka martenzita) dok karbidi imaju pravilnu kristalnu strukturu. Na slici 6.27 prikazane su orijentacije kristala na ispitnim mjestima 1, 4 i 5.



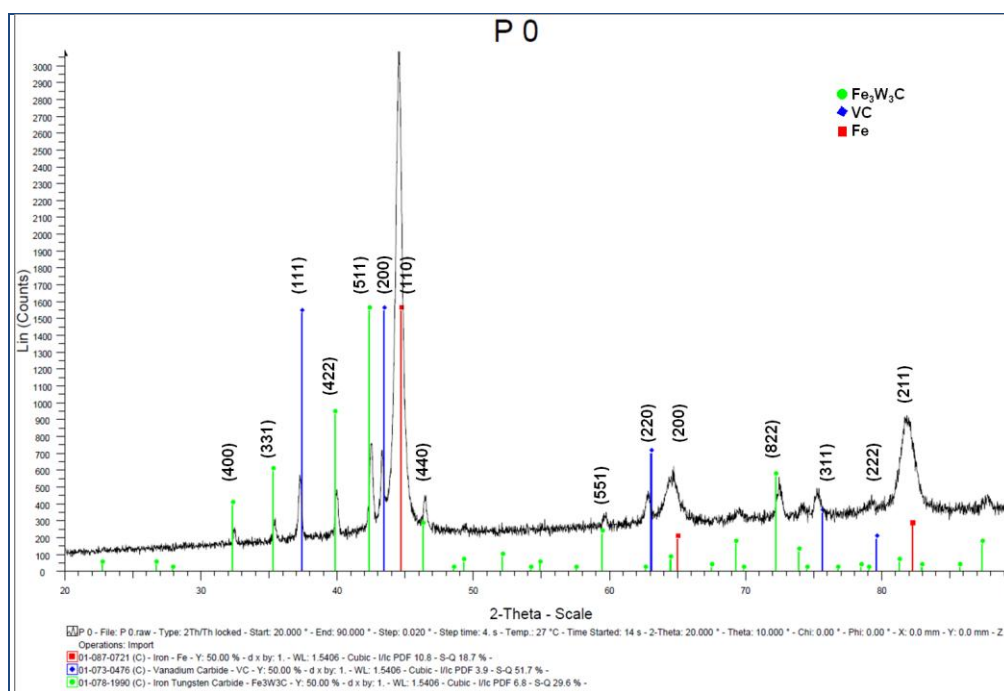
Slika 6.27: Orijentacija kristalnih zrna na promatranim ispitnim mjestima:

- a) prvo mjesto analize  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$
- b) četvrto mjesto analize VC
- c) peto mjesto analize Fe

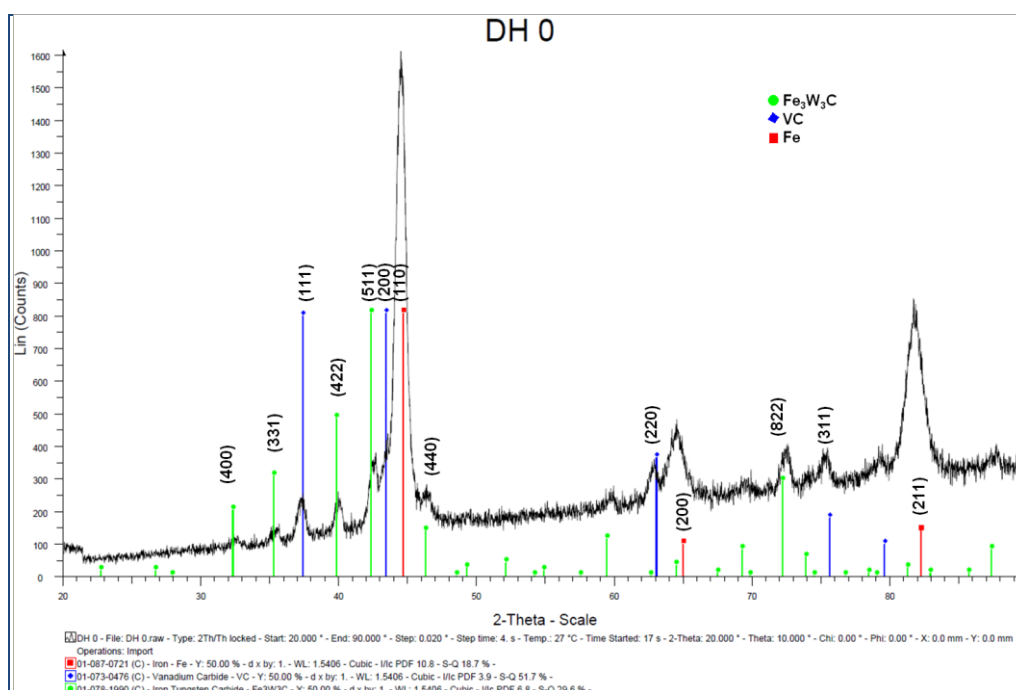
### ***Rendgenska difrakcija (XRD analiza)***

Rendgenska difrakcija je tehnika koja se koristi za karakterizaciju kristalne strukture, određivanje veličine zrna i njihove orijentacije. Koristi se i za identificiranje nepoznatih tvari, usporedbom rendgenograma s bazom podataka International Center for Diffraction Data. Rendgenskom difrakcijom uzoraka bez prevlake potvrđene su prisutne mikrostrukturne faze te je uočena razlika u difraktogramima klasično toplinski obrađenog stanja i duboko hlađenog stanja. Rendgenska difrakcija uzoraka provedena je u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani.

Na slikama 6.28 i 6.29 prikazani su rendgenogrami uzoraka stanja P0 i DH0. Rendgenogrami nitriranih stanja P1 i DH1 dani su u prilogu III.



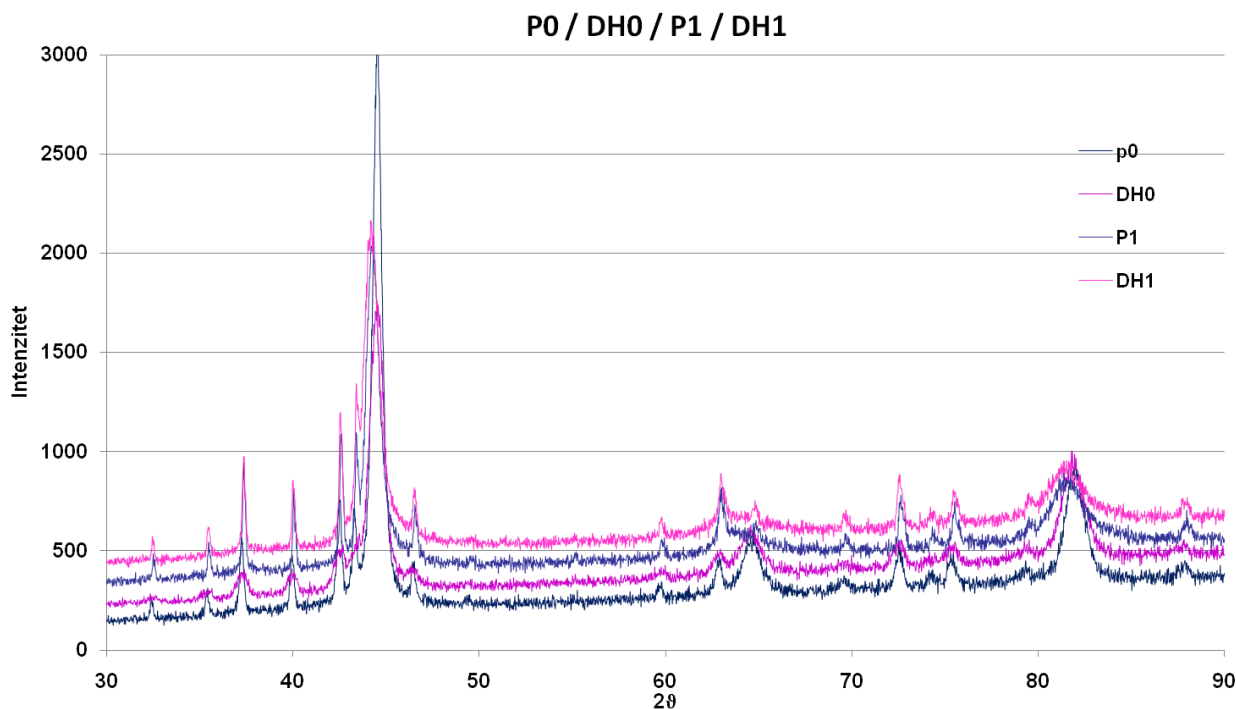
Slika 6.28: Rendgenogram uzorka stanja P0 s markiranim pikovima  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ , VC i  $\alpha$ -Fe



Slika 6.29: Rendgenogram uzorka stanja DH0 s markiranim pikovima  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ , VC i  $\alpha$ -Fe

Na slici 6.30 prikazani su usporedni rendgenogrami stanja P0 i DH0. Iako razlika u mikrostrukturi nije vidljiva pomoću uobičajenih metoda analize mikrostrukture pri usporedbi rendgenograma vidljiva je razlika u visini i širini difrakcijskih maksimuma što upućuje na razliku u mikrostrukturi.



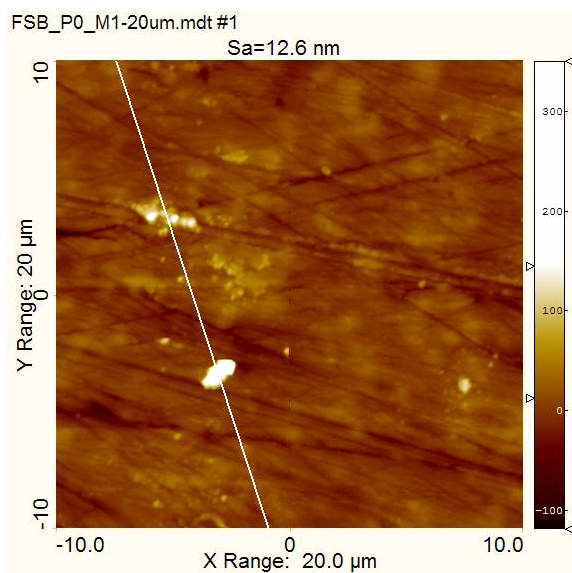


Slika 6.30: Usporedni dijagrami XRD analize provedena na uzorcima stanja P0 i DH0

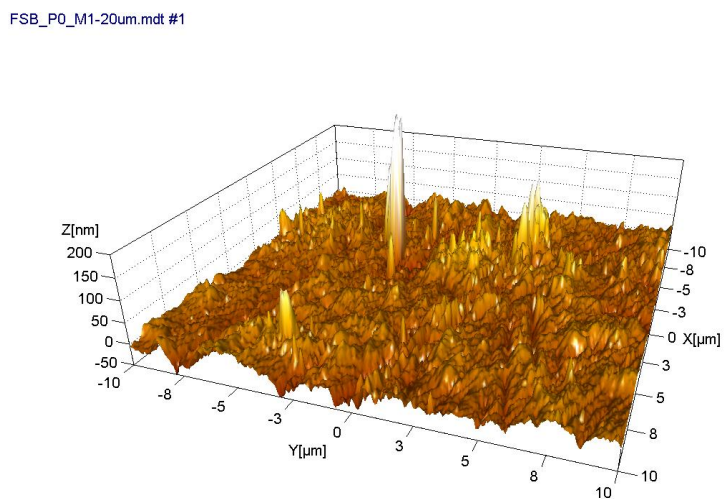
### AFM analiza

AFM (eng. atomic force microscopy) je vrsta skenirajuće mikroskopije s ticalom pri čemu ticalo vrlo malih dimenzija (promjer vrha ticala je manji od 10 nm) prelazi preko površine uzorka prikupljajući informacije o stanju površine. Te informacije mogu biti od jednostavne topografije površine do mjerenja fizikalnih, magnetskih ili kemijskih svojstava materijala. AFM analiza svih uzoraka provedena je u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani. Na slici 6.31 i 6.32 prikazani su rezultati analize na uzorcima bez prevlaka stanja P0, P1, DH0 i DH1.

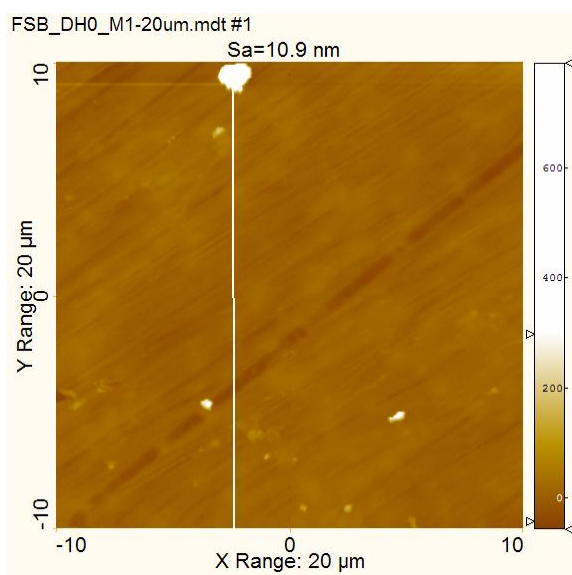
AFM analiza provedena je radi utvrđivanja topografije površine. Analizom topografije površine moguće je vidjeti karbide na površini čelika iznad kojih se očekuje mogući stupičasti i epitaksijalni rast prevlake, također moguće je vidjeti i granice zrna, razne neravnine i pukotine na kojima prevlaka također može započeti rast. Stoga se snimanjem stanja površine prije i nakon nanošenja prevlake dodatno analizira način rasta prevlake.



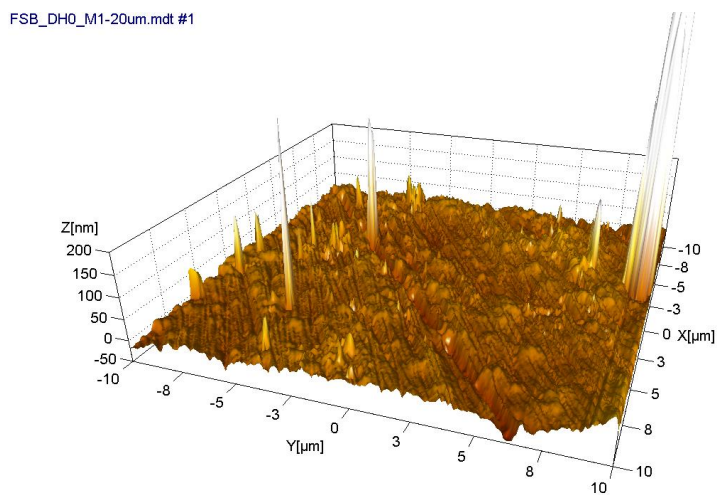
a)



b)

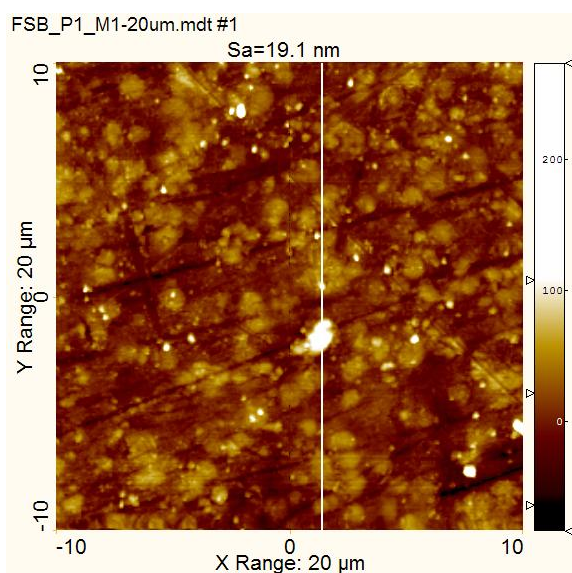


c)

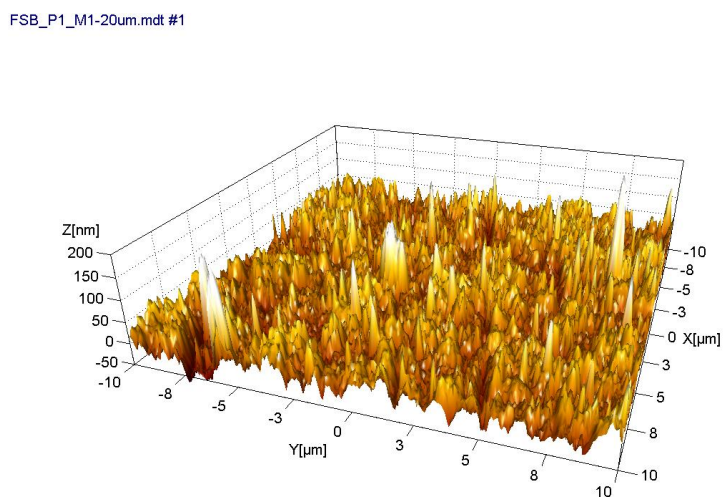


d)

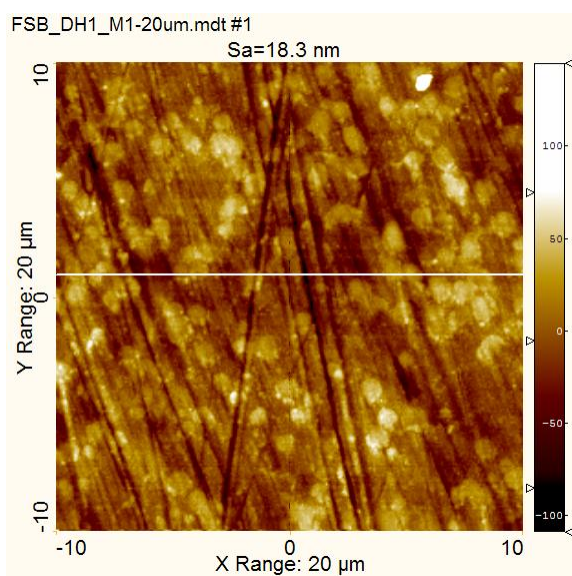
Slika 6.31: AFM slika uzoraka a) i b) P0, c) i d) DH0



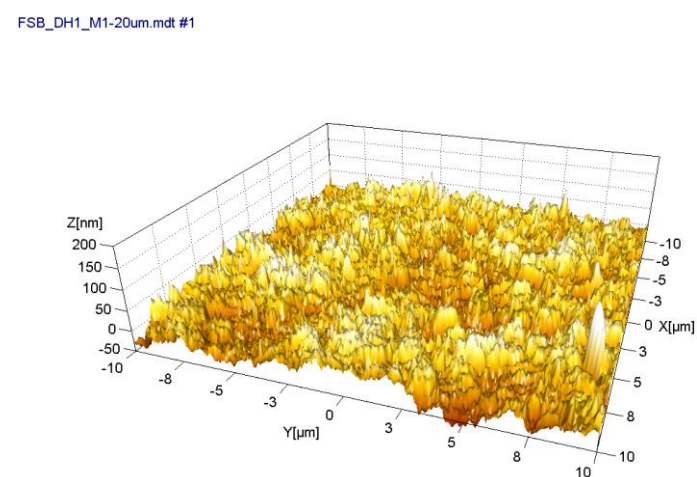
a)



b)



c)



d)

Slika 6.32: AFM slika uzoraka a) i b) P1, c) i d) DH1

### 6.5.2 Određivanje lomne žilavosti $K_{IC}$

Lomna žilavost određena je za stanja P0 i DH0, tj. za klasični toplinski obrađeno i duboko hladeno stanje. Lomna žilavost izračunata je prema izrazu [58], a prema kojem se  $K_{IC}$  brzoreznih čelika kvantificira na temelju mikrostrukturnih i nekoliko drugih parametara.

$$K_{IC} = 1,363 \cdot \left( \frac{HRC}{HRC - 53} \right) \times \left[ \sqrt{E \cdot d_p} \cdot (f_c)^{-\frac{1}{6}} \cdot (1 - f_{c \geq a_{crit}}) \cdot (1 + f_{aust}) \right]$$

Pri čemu je:

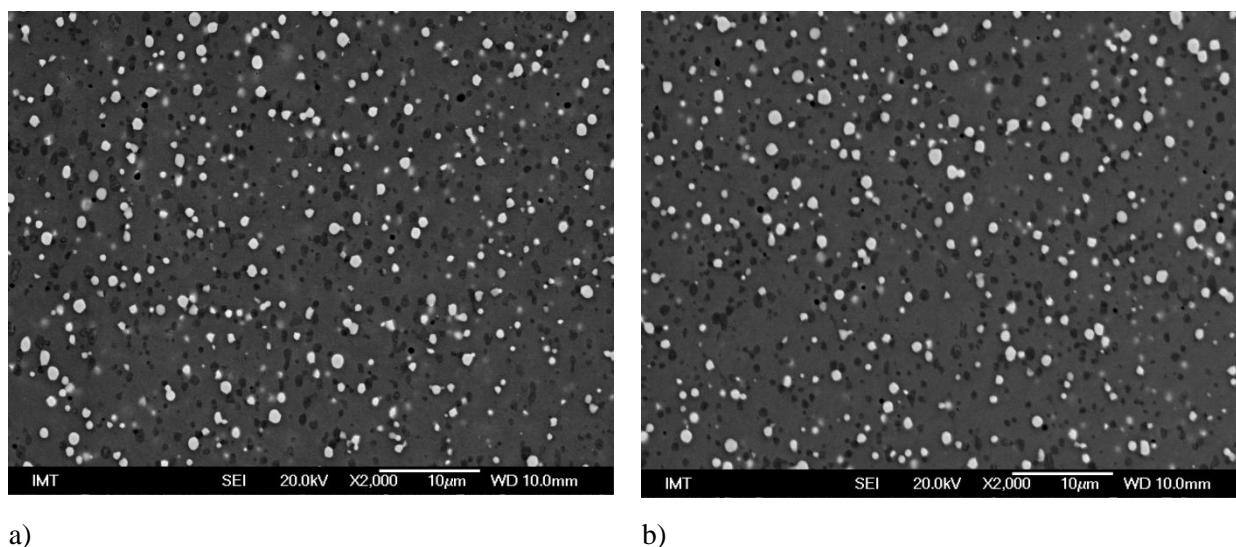
- $E$  – modul elastičnosti, MPa
- $HRC$  – vrijednost tvrdoće mjerenu Rockwell C metodom
- $d_p$  – srednja udaljenost između nerastopljenih eutektičkih karbida, m
- $f_c$  – volumni udio nerastopljenih karbida
- $f_{aust}$  – volumni udio zaostalog austenita
- $f_{c \geq a_{crit}}$  – kumulativni udio nerastopljenih eutektičkih karbida i/ili nakupina karbida (klastera) koji su veći od kritične vrijednosti promjera karbida  $\geq a_{crit}$ .  $a_{crit}$  za čelik dobiven metalurgijom praha iznosi 1,3 – 1,4  $\mu\text{m}$ .

Konstanta 1,363 određena je pod pretpostavkom da se modul elastičnosti  $E$  izražava u MPa, a  $d_p$  – srednja udaljenost između nerastopljenih eutektičkih karbida u metrima. Tako dobivena vrijednost lomne žilavosti  $K_{IC}$  ima jedinicu  $\text{MPa m}^{1/2}$ .

Za određivanje prethodno navedenih veličina napravljena je kvantitativna metalografska analiza na slikama dobivenim na FE SEM-u na poliranim uzorcima stanja P0 i DH0 (slika 6.33). Analiza je obavljena na pet različitih mjesta u mikrostrukтури na svakom uzorku pri povećanju od 2000x (površina od 2730  $\mu\text{m}^2$ ).

U programu „ImageJ“ analizom slike određen je prosječni promjer karbida  $D_p$ , prosječna udaljenost između karbida  $d_p$  te volumni udio karbida  $f_c$ . Rezultati analize prikazani su u tablici 6.9 za duboko hladeno stanje DH0 i u tablici 6.10 za klasično toplinski obrađeno stanje P0.





Slika 6.33: SEM slika mikrostrukture poliranih ispitnih uzoraka: a) stanje P0, b) stanje DH0

Tablica 6.9: Rezultati kvantitativne metalografske analize za stanje DH0

Uzorak	$d_p, \mu\text{m}$	$M_6C$ karbidi ( $Fe_3W_3C$ )			MC karbidi (VC)		
		$f_c, \text{Vol. \%}$	$f_{c \geq \text{acrit}}, \%$	$D_p, \mu\text{m}$	$f_c, \text{Vol. \%}$	$f_{c \geq \text{acrit}}, \%$	$D_p, \mu\text{m}$
DH0-1	1,40	6,3	0,5	0,631	11,7	1,5	0,496
DH0-2	1,42	6,1	0,5	0,629	11,4	1,3	0,498
DH0-3	1,44	6,6	1,5	0,661	11,7	1,3	0,514
DH0-4	1,44	6,5	0,9	0,689	12,0	2,1	0,493
DH0-5	1,42	6,6	0,6	0,665	11,3	1,5	0,474
DH0-6	1,35	6,7	0,7	0,670	12,5	1,6	0,467
$\bar{X}$	<b>1,41</b>	<b>6,5</b>	<b>0,8</b>	<b>0,658</b>	<b>11,8</b>	<b>1,6</b>	<b>0,490</b>

Tablica 6.10: Rezultati kvantitativne metalografske analize za stanje P0

Uzorak	$d_p, \mu\text{m}$	$M_6C$ karbidi ( $Fe_3W_3C$ )			MC karbidi (VC)		
		$f_c, \text{Vol. \%}$	$f_{c \geq \text{acrit}}, \%$	$D_p, \mu\text{m}$	$f_c, \text{Vol. \%}$	$f_{c \geq \text{acrit}}, \%$	$D_p, \mu\text{m}$
P0-1	1,27	6,5	1,1	0,631	12,1	2,7	0,419
P0-2	1,29	6,5	0,5	0,632	12,0	2,4	0,431
P0-3	1,32	7,0	1,2	0,675	12,0	2,2	0,428
P0-4	1,29	6,5	0,5	0,641	12,4	2,9	0,431
P0-5	1,29	6,5	0,5	0,641	12,4	2,9	0,431
P0-6	1,34	6,4	0,7	0,670	11,9	2,1	0,424
$\bar{X}$	<b>1,30</b>	<b>6,6</b>	<b>0,8</b>	<b>0,648</b>	<b>12,1</b>	<b>2,5</b>	<b>0,427</b>

Tablica 6.11: Vrijednosti lomne žilavosti

Uzorak	$K_{Ic}$ , MPa m <sup>1/2</sup>	Uzorak	$K_{Ic}$ , MPa m <sup>1/2</sup>
DH0-1	5,8	P0-1	5,6
DH0-2	5,8	P0-2	5,7
DH0-3	5,8	P0-3	5,7
DH0-4	5,8	P0-4	5,7
DH0-5	5,8	P0-5	5,7
DH0-6	5,6	P0-6	5,8
$\bar{X}$	5,8	$\bar{X}$	5,7

### 6.5.3 Tlačno ispitivanje

Statičko vlačno ispitivanje se vrlo rijetko izvodi na brzoreznim čelicima u kaljenom i popuštenom stanju zbog njihove krhkosti. Za brzorezne čelike značajnije je tlačno ispitivanje. Tlačna čvrstoća ispitivana je na uzorcima stanja P0 i DH0 dimenzija  $\Phi 10 \times 12 \text{ mm}$  na univerzalnom ispitnom uređaju Instron 1255, maksimalna sila 500 kN (slika 6.34), u Institutu za materijale in tehnologiju u Ljubljani. Za svako stanje ispitana su po tri uzorka. Korišteni lubrikant za smanjenje trenja između uređaja i uzorka je MoS<sub>2</sub> s faktorom trenja  $\mu = 0,02$ . Brzina opterećivanja uzoraka bila je 2 mm/min.



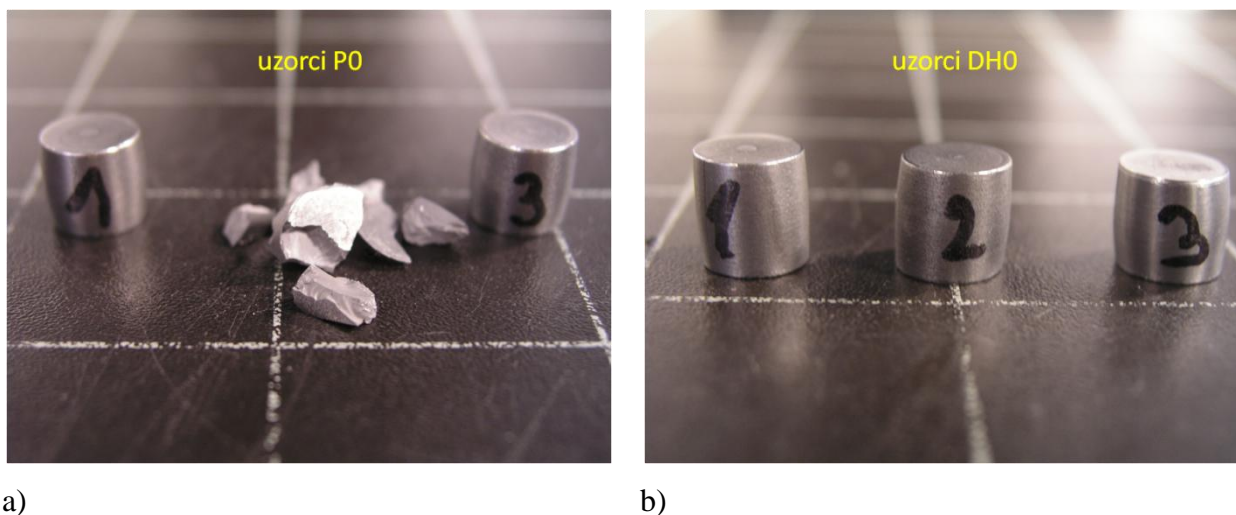
a)



b)

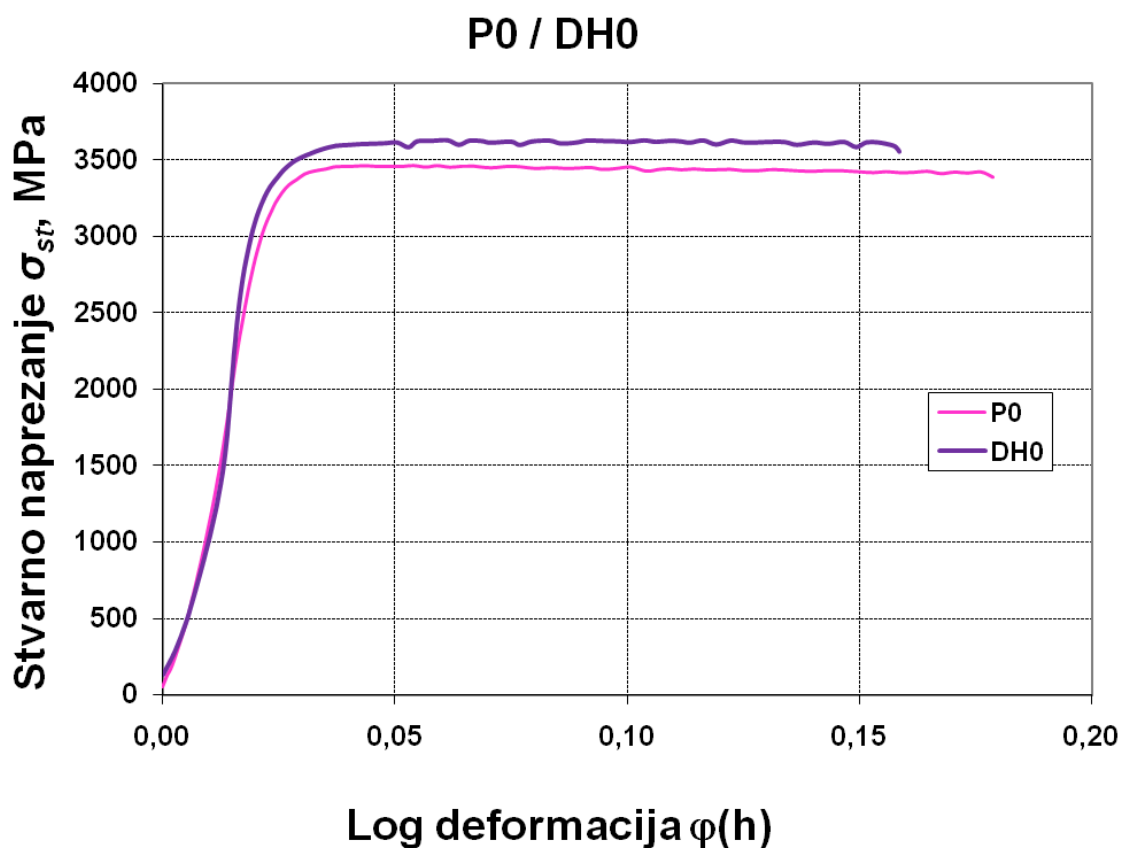
Slika 6.34: a) Univerzalni ispitni uređaj Instron 1255 b) Detalj sa slike a)

Na slici 6.35 prikazani su ispitni uzroci stanja P0 i DH0 nakon provedenih ispitivanja.



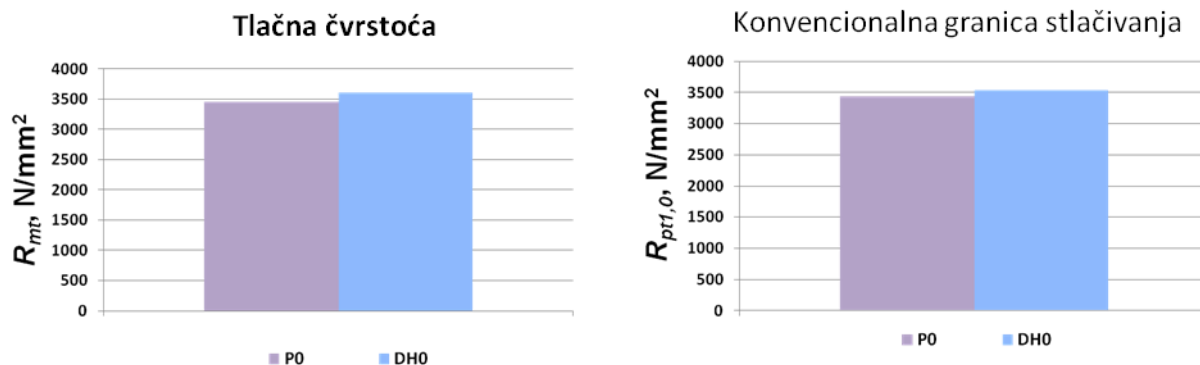
Slika 6.35: Ispitni uzorci nakon ispitivanja tlačne čvrstoće a) stanje P0, b) stanje DH0

Rezultati provedenih ispitivanja tlačne čvrstoće prikazani su na slici 6.36.



Slika 6.36: Dijagram naprezanje – deformacija za uzorke P0 i DH0

Ispitivanjem tlačne čvrstoće određena je konvencionalna granica tlačjenja,  $R_{pt_{l,0}}$  i tlačna čvrstoća,  $R_{mt}$ . Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 6.37 te u tablicama 6.12 i 6.13.



a)

b)

Slika 6.37: Uzorci P0 i DH0 a) tlačna čvrstoća, b) konvencionalna granica stlačivanja

Tablica 6.12: Rezultati tlačnog ispitivanja na uzorcima stanja P0

Mehanička svojstva	Stanje P0			$\bar{X}$
	P0-1	P0-2	P0-3	
$R_{pt0.2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3409,1	3383,8	3407,5	<b>3400,13</b>
$R_{pt0.5}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3409,3	3423	3440	<b>3424,10</b>
$R_{pt1.0}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3414,3	3457,5	3456,9	<b>3442,90</b>
$R_{mt}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3414	3471	3463	<b>3449,33</b>
$A$ [%]	5,5	3,7	5,3	<b>4,83</b>
$h_0$ [mm]	12,36	12,27	12,65	<b>12,43</b>
$F_{max}$ [kN]	327,4	330,8	329,2	<b>329,13</b>
$\Phi$ $h_{max}$ [/]	0,056	0,038	0,054	<b>0,05</b>

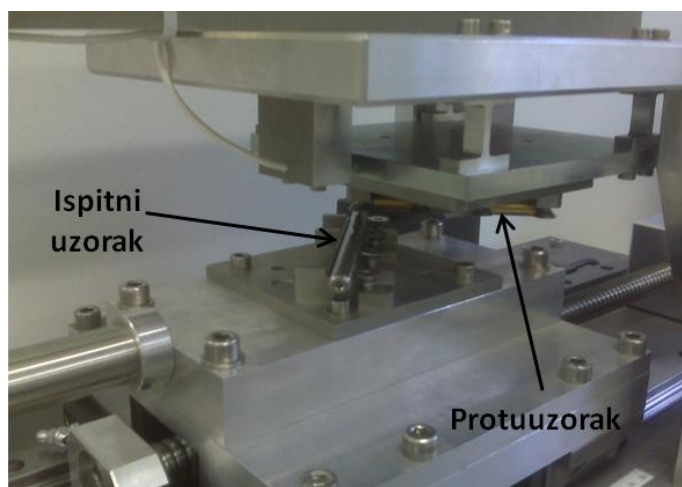
Tablica 6.13: Rezultati tlačnog ispitivanja na uzorcima stanja DH0

Mehanička svojstva	Stanje DH0			$\bar{X}$
	DH0-1	DH0-2	DH0-3	
$R_{pt0.2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3032,5	3566,7	3427,4	<b>3342,20</b>
$R_{pt0.5}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3319,4	3590	3476,6	<b>3462,00</b>
$R_{pt1.0}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3482,8	3602	3507,7	<b>3530,83</b>
$R_{mt}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	3650	3626	3548	<b>3608,00</b>
$A$ [%]	8,3	5,9	8,2	<b>7,47</b>
$h_0$ [mm]	12,5	12,3	12,47	<b>12,42</b>
$F_{max}$ [kN]	333,4	339,2	345,5	<b>339,37</b>
$\Phi$ $h_{max}$ [/]	0,086	0,061	0,085	<b>0,08</b>

#### 6.5.4 Ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem („galling“) „load scanning test-om“

„Load scanning test“ se koristi za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje ili otpornosti na „galling“. „Galling“ ili naljepljivanje je vrsta intenzivnog adhezijskog trošenja koje se pojavljuje između dva tijela u kliznom dodiru. Trošenje kod naljepljivanja karakterizira makroskopsko, najčešće lokalizirano, pogrubljenje površine uz stvaranje naljepka; vrlo često uključuje i plastično tečenje i/ili transfer materijala[53]. Naljepljivanje uzrokuje trenutni porast sila trenja između materijala u dodiru te ih čini neupotrebljivim za daljnji rad. Razvijen je čitav niz različitih postupaka ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje za dva materijala u dodiru. Najčešće korišteni je prema ASTM G98 standardu „button-on-block“ ispitivanje, a koristi se i „button-on-cylinder“. Varijanta tog ispitivanja je i „load scanning test“ korišten u ovom radu.

Ispitivanje otpornosti na intenzivno adhezijsko trošenje provedeno je u CTD - Center for tribology and technical diagnostics u Ljubljani, slika 6.38. Shematski prikaz ispitivanja prikazan je na slici 6.39.



Slika 6.38: Uređaj za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem

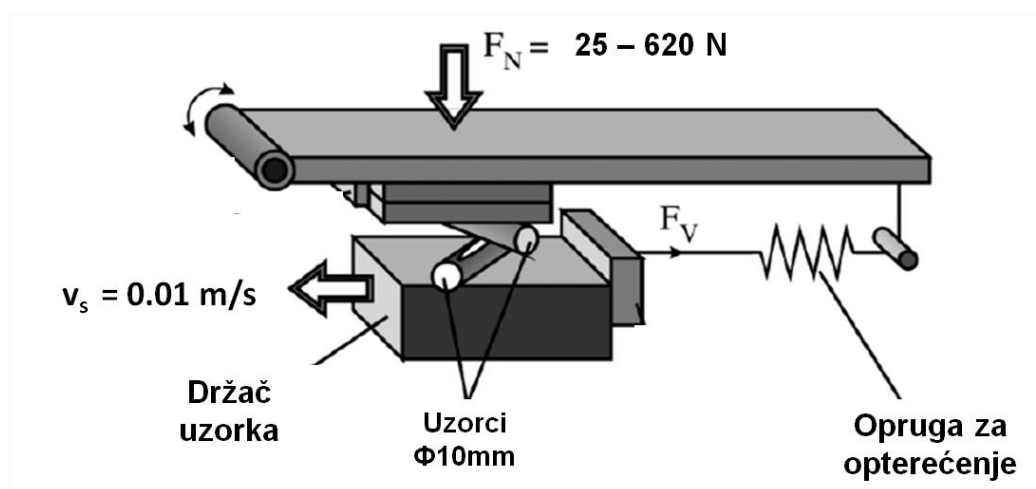
Pri ispitivanju dva uzorka dimenzija  $\Phi 10 \times 100$  mm klize jedan preko drugog uz postupno povećanje normalne sile. Tijekom cijelog ispitivanja svaka točka dodira oba uzorka opterećena je jedinstvenom silom. Ovaj oblik ispitivanja se provodi kod određivanja otpornost na pojavu adhezijskog trošenja između dva određena materijala, tj. kada se ispituje tribološka kompatibilnost materijala ali se koristi i za ispitivanje maziva.

U ovom radu promatrana je otpornost na intenzivno adhezijsko trošenje tj. stvaranje naljepka pojedinih stanja ispitivanog materijala, a kao protuuzorak korištena je osovina od AISI 304

čelika, dimenzija  $\Phi 10 \times 100$  mm tvrdoće 150 HV10, hrapavosti  $R_a \approx 0,1 \mu\text{m}$ . Dodir ispitivanih uzoraka bio je u točki.

Parametri ispitivanja:

- raspon normalne sile,  $F_N = 25 - 620$  N
- kontaktni pritisak,  $p_H = 2,2 - 6,4$  GPa
- suho ispitivanje (bez maziva)
- brzina ispitivanja,  $v = 0,01$  m/s
- trajanje ispitivanja,  $t = 10$  s

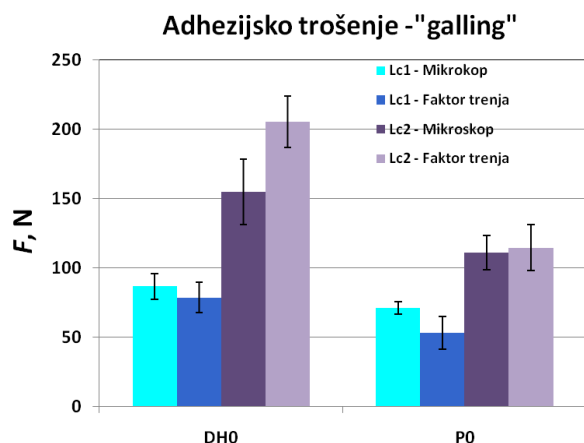


Slika 6.39: Shematski prikaz „load scanning testa“ za ispitivanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem [53]

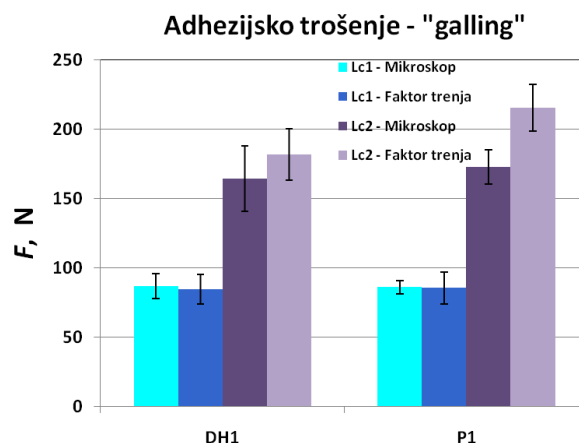
Kod ispitivanja otpornosti na naljepljivanje promatraju se dvije vrijednosti kritičnih sila,  $L_{c1}$  i  $L_{c2}$ . Sila  $L_{c1}$  označava pojavu naljepljivanja, a sila  $L_{c2}$  početak stvaranja debljeg sloja. Kritične sile se određuju vizualno, pregledom traga trošenja pomoću mikroskopa (što je do prije nekoliko godina bila jedina metoda) i praćenjem promjene faktora trenja (što nije podložno subjektivnoj procjeni ispitivača) [53].

Ispitivanje je provedeno na uzorcima dimenzija  $\Phi 10 \times 100$  mm napravljenim za četiri osnovna stanja bez prevlaka (P0, P1, DH0 i DH1). Površinska hrapavost uzoraka bila je veća od zahtijevane. Uzorci su bili grubo tokareni i nakon toga lepani, a zahtjeva se polirana površina, jer velika hrapavost površine utječe na pojavu adhezijskog trošenja. Na svakom ispitnom uzorku provedena su po tri ispitivanja, te su određene tri kritične sile  $L_{c1}$  i  $L_{c2}$ . Kritične sile su određene iz traga trošenja pomoću mikroskopa i iz dijagrama promjene faktora trenja tijekom ispitivanja. Rezultati ispitivanja prikazani su u tablicama 6.14 i 6.15 i na slici 6.40.





a)



b)

Slika 6.40: Rezultati ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „load scanning test“ : a) uzorci DH0 i P0  
b) uzorci DH1 i P1

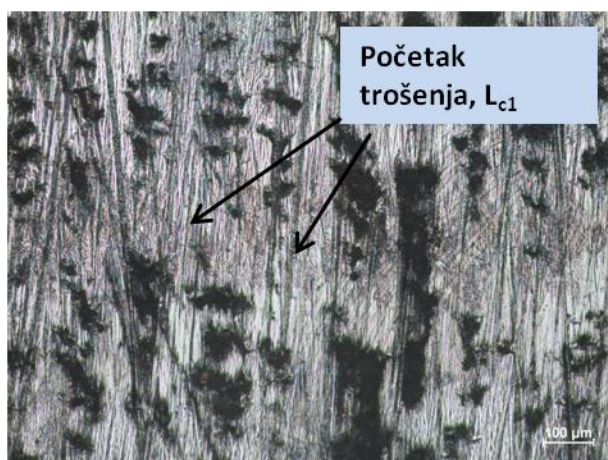
Tablica 6.14: Kritične sile određene pomoću mikroskopa

Oznaka stanja	$L_{c1}$	$\pm$	$L_{c2}$	$\pm$
DH0	86,86	9,23	154,91	23,50
DH1	87,00	4,68	164,53	12,16
P0	71,27	17,64	111,26	10,68
P1	86,30	8,90	172,92	10,23

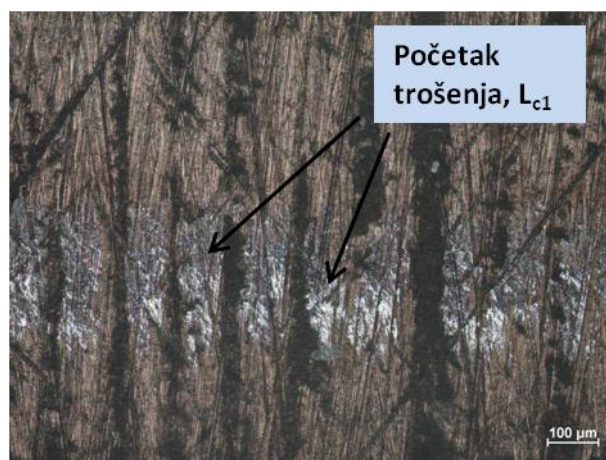
Tablica 6.15: Kritične sile određene iz dijagrama faktora trenja

Oznaka stanja	$L_{c1}$	$\pm$	$L_{c2}$	$\pm$
DH0	78,83	10,73	205,67	18,48
DH1	84,67	11,68	182,00	16,64
P0	53,33	12,06	114,67	7,02
P1	85,67	12,42	215,67	23,44

Na slikama 6.41 i 6.42 prikazani su tragovi trošenja na mjestima određivanja kritičnih sila za uzorke na kojima je postignuta minimalna i maksimalna vrijednost kritičnih sila. Na slikama je uočljiva i hrapava površina ispitnih uzoraka. Slika 6.43 prikazuje prosječan faktor trenja pri ovom ispitivanju.



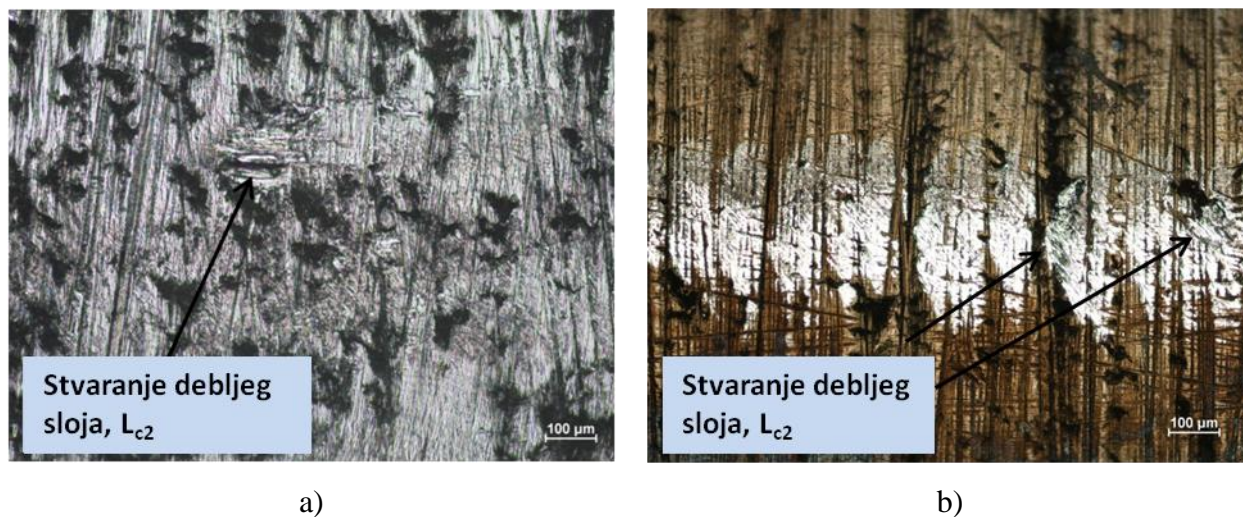
a)



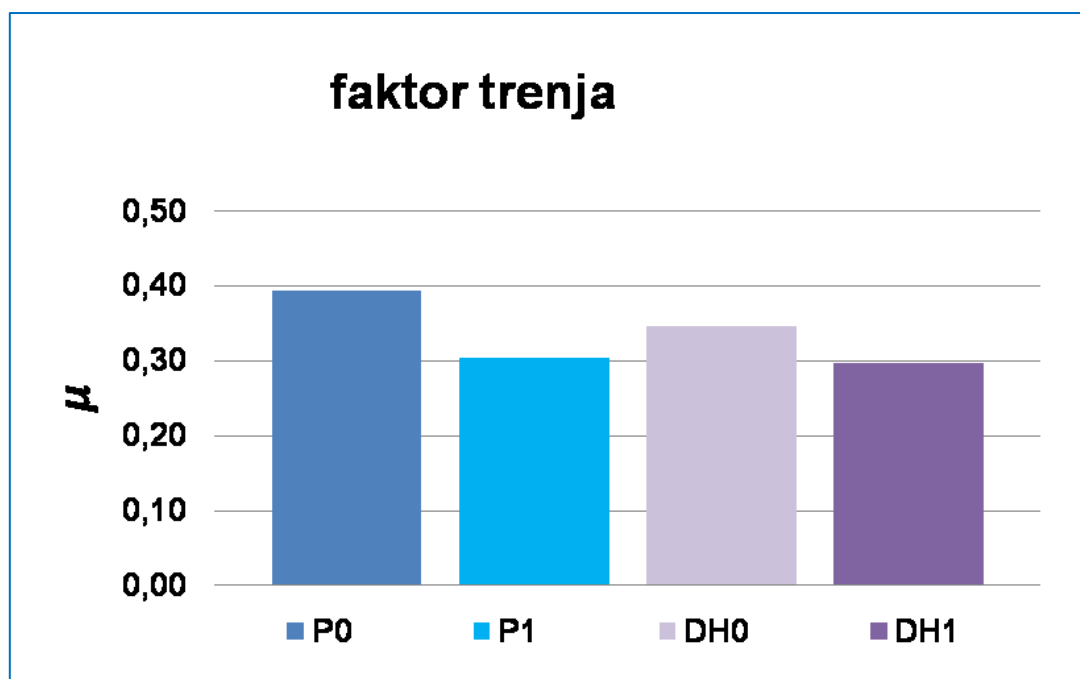
b)

Slika 6.41: Početak adhezijskog trošenja,  $L_{c1}$  : a) uzorak P0, b) uzorak DH1





Slika 6.42: Stvaranje debljeg sloja,  $L_{c2}$ : a) uzorak P0, b) uzorak P1

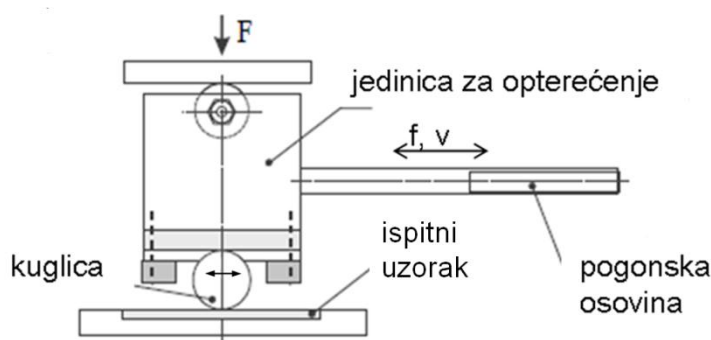


Slika 6.43: Prosječan faktor trenja utvrđen pri ispitivanju otpornosti na adhezijsko trošenje metodom „load scanning test“

### 6.5.5 Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ („ball-on-flat“)

Otpornost na suho klizno trošenje ili suhu abraziju ispitivana je metodom „kuglica na ploči“ (eng. „ball-on-flat“) na CTD-u u Ljubljani. Ispitivanja su provedena na uređaju CAMERON-PLINT TE77, Low frequency – long displacement reciprocating sliding wear tester prema ASTM G 133 standardu, shematski prikaz uređaja prikazan je na slici 6.44.

Ispitni uzorak smješta se u čeljusti nakon čega se opterećuje preko kuglice, cilindra ili prstena silom u rasponu od 5 – 250 N. Opterećenje je naizmjenično klizno frekvencijom od 1 – 50 Hz. Amplituda gibanja može biti 1 – 15 mm. Nakon određenog broja ciklusa mjeri se volumen traga trošenja. Tijekom ispitivanja uređaj bilježi promjenu faktora trenja u vremenu (broju ciklusa). Nakon završetka ispitivanja trag trošenja se ispituje profilometrom i svjetlosnim mikroskopom, te se određuju volumen traga trošenja i faktor trošenja.



Slika 6.44: Shematski prikaz uređaja za ispitivanje trošenja metodom „kuglica na ploči“ [54]

Faktor trošenja  $K$ ,  $\text{mm}^3/\text{Nm}$  predstavlja karakteristiku svakog materijala i opisuje njegovu otpornost trošenju. Izračunava se prema izrazu:

$$K = \frac{V}{F_N \cdot s}$$

pri čemu je:

- $V$  – istrošeni volumen
- $F_N$  – normalna komponenta opterećenja
- $s$  – prijeđeni put

Ovako izražen faktor trošenja  $K$  najčešće je korištena vrijednost za kvantificiranje otpornosti na trošenje, a koristi se i kod ispitivanja otpornosti na trošenje prevlaka te za njihovu kvantitativnu usporedbu. [55]

Ispitivanje trošenja u ovom radu provedeno je na tri uzorka od svakog stanja P0, P1, DH0 i DH1. Kao protutijelo korištena je  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kuglica promjera 10 mm, tvrdoće 1200 HV. Kontakt između uzorka i kuglice bio je u točki. Ispitivanje je provedeno sljedećim parametrima:

- normalna sila,  $F_N = 10 \text{ N}$
- kontaktni pritisak,  $p_H = 1300 \text{ MPa}$
- protutijelo:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kuglica, 1200 HV,  $\Phi 10 \text{ mm}$
- amplituda,  $a = 2,4 \text{ mm}$
- frekvencija,  $f = 5 \text{ Hz}$
- brzina klizanja,  $v_s = 0,024 \text{ m/s}$
- trajanje ispitivanja,  $t = 20 \text{ min}$
- prijeđeni put,  $s = 30 \text{ m}$
- broj ciklusa,  $N = 6000 \text{ ciklusa}$

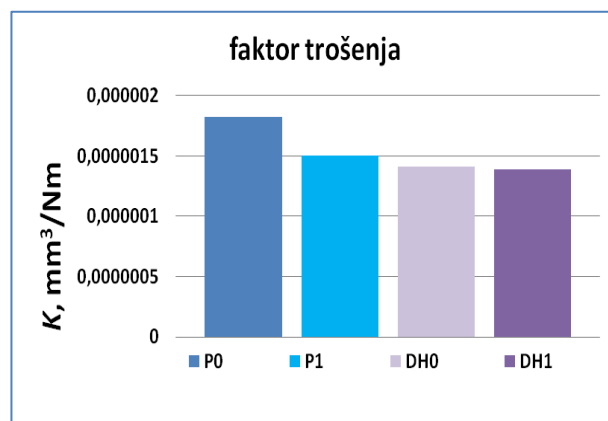
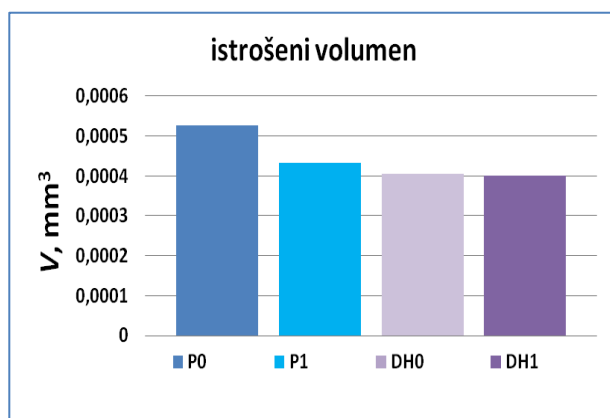
Rezultati ispitivanja prikazani su u tablicama 6.16 i 6.17, dijagramski prikaz na slikama 6.45 i 6.46.

Tablica 6.16: Gubitak volumena (istrošeni volumen) pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“

Oznaka stanja	Istrošeni volumen $V, \text{mm}^3$			
	1. ispitivanje	2. ispitivanje	3. ispitivanje	$\bar{X}$
<b>P0</b>	0,00070	0,00046	0,00041	<b>0,00053</b>
<b>P1</b>	0,00045	0,00040	0,00044	<b>0,00043</b>
<b>DH0</b>	0,00031	0,00039	0,00051	<b>0,00041</b>
<b>DH1</b>	0,00036	0,00044	0,00040	<b>0,00040</b>

Tablica 6.17: Faktor trošenja određen pri ispitivanju metodom „kuglica na ploči“

Oznaka stanja	Faktor trošenja $K$ , $\text{mm}^3/\text{Nm}$			
	1. ispitivanje	2. ispitivanje	3. ispitivanje	$\bar{X}$
P0	$2,44 \times 10^{-6}$	$1,60 \times 10^{-6}$	$1,43 \times 10^{-6}$	$1,82 \times 10^{-6}$
P1	$1,56 \times 10^{-6}$	$1,40 \times 10^{-6}$	$1,54 \times 10^{-6}$	$1,50 \times 10^{-6}$
DH0	$1,09 \times 10^{-6}$	$1,36 \times 10^{-6}$	$1,77 \times 10^{-6}$	$1,41 \times 10^{-6}$
DH1	$1,24 \times 10^{-6}$	$1,54 \times 10^{-6}$	$1,38 \times 10^{-6}$	$1,39 \times 10^{-6}$

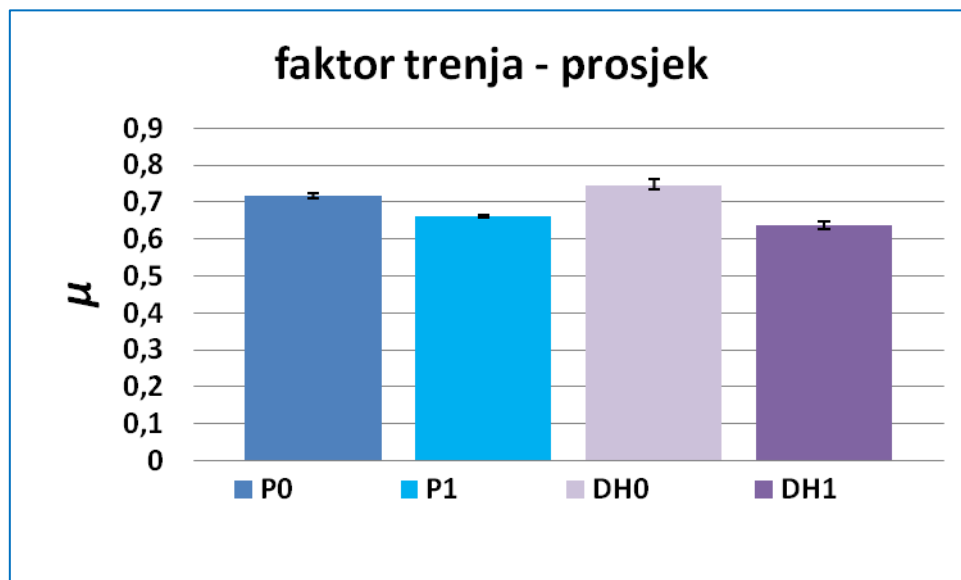


a)

b)

Slika 6.45: Rezultati ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“

- a) istrošeni volumen  $V$ ,  $\text{mm}^3$   
 b) faktor trošenja  $K$ ,  $\text{mm}^3/\text{Nm}$



Slika 6.46: Prosječan faktor trenja pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“

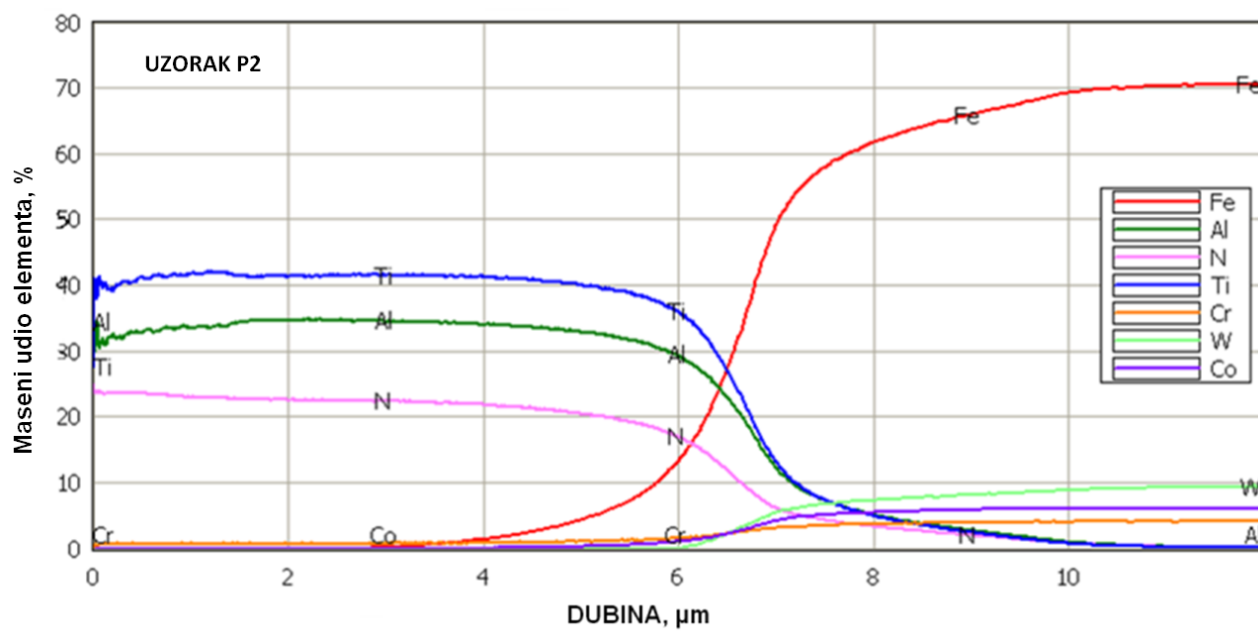
## 6.6 LABORATORIJSKA ISPITIVANJA NA UZORCIMA S TiAlN PREVLAKOM

### 6.6.1 Kemijski sastav i mikrostruktura prevlake

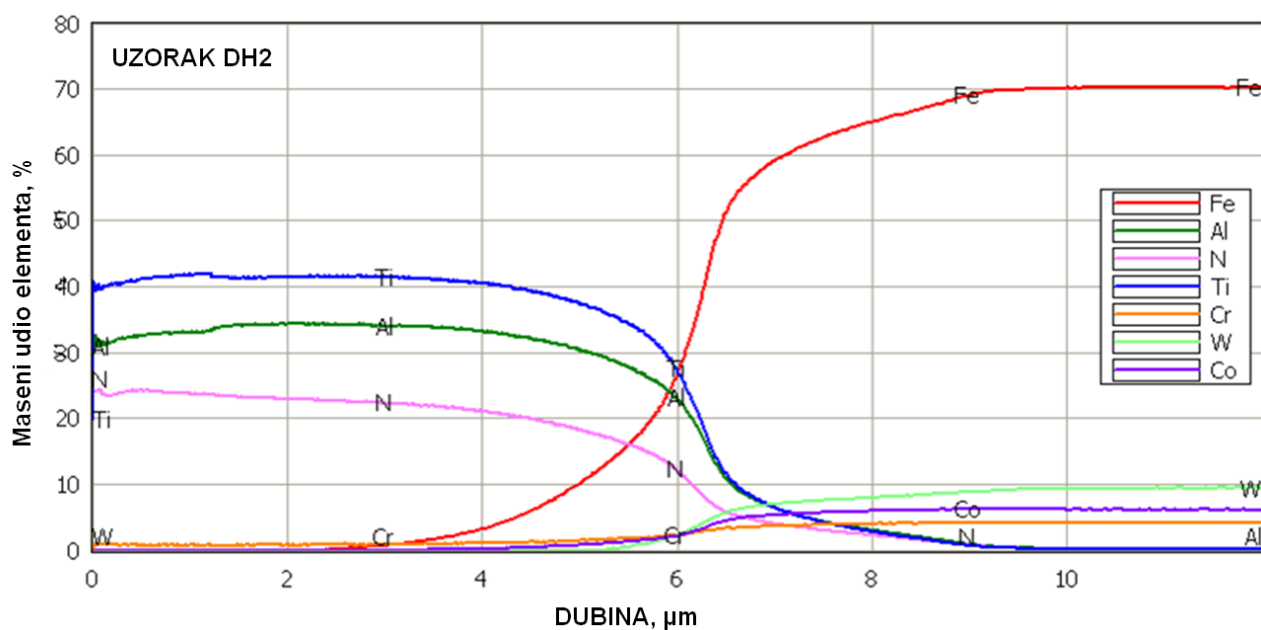
#### *Kemijski sastav prevlake*

Kemijski sastav prevlaka usko je povezan s kristalnom strukturom prevlake. TiAlN prevlaka je supstitucijska čvrsta otopina kod koje se dio većih atoma titana zamjenjuje s manjim atomima aluminija. Pri toj zamjeni plošno centrirana kubična kristalna rešetka TiN ostaje očuvana ali deformirana. Uslijed te deformacije tvrdoća TiAlN (3000 – 3500 HV) je znatno veća od tvrdoće TiN (2300 HV). Takva zamjena atoma moguća je do omjera Ti:Al  $\approx$  60:40. Pri većim udjelima aluminija ulazi se u dvofazno područje s tvrdom kubičnom (Ti, Al)N fazom i relativno mekanom heksagonskom (Al, Ti)N fazom što značajno utječe na svojstva. Tvrdoća (Ti,Al)N raste s udjelom aluminija ali ulaskom u dvofazno područje drastično pada. Upravo iz tih razloga pri određivanju triboloških svojstava prevlake potrebno je poznavati njezinu kristalnu strukturu, a ona proizlazi iz kemijskog sastava. Također prilikom postupka nanošenja prevlake moguće je ugrađivanje različitih nečistoća u prevlaku (iz reaktivnog plina ili iz atmosfere). Najčešće su to kisik i ugljikovodici, argon i kripton koji se detektiraju određivanjem kemijskog sastava [18].

Kemijski sastav prevlake na svim stanjima podloge analiziran je GDOES metodom (eng. GDOES – glow discharge optical emission spectroscopy) u Laboratoriju za kemijsku analizu na FSB-u Zagreb. Na slikama 6.47 i 6.48 prikazani su rezultati kemijske analize TiAlN prevlake na četiri stanja ispitnih uzoraka s prevlakom.



a)



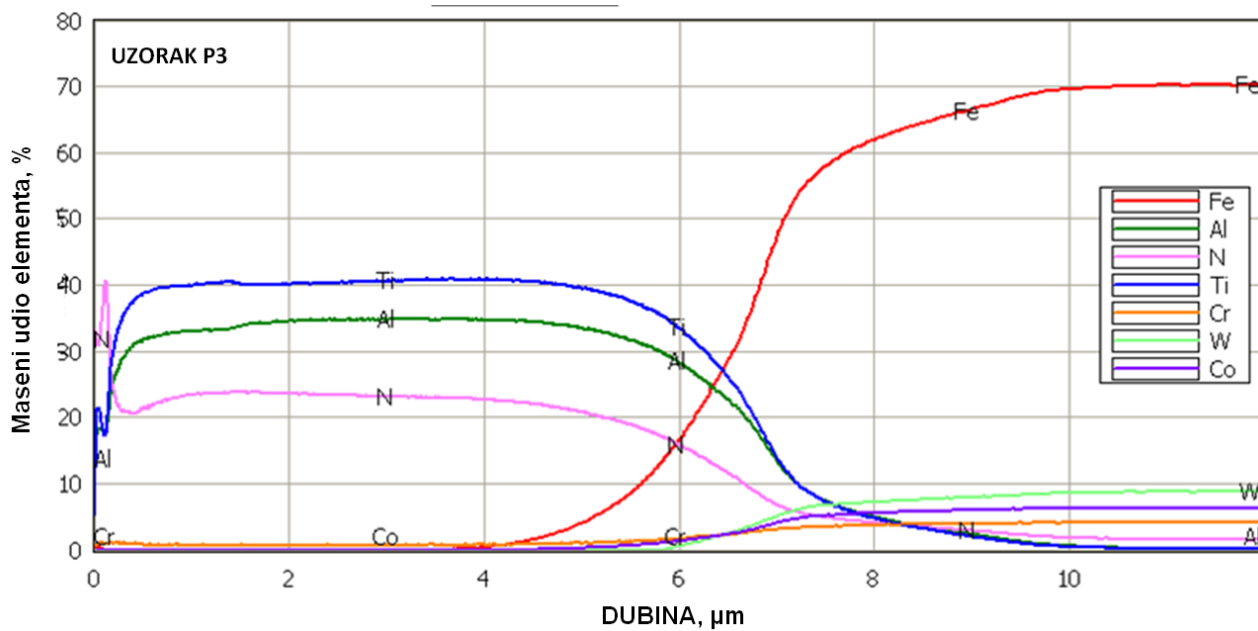
b)

Slika 6.47: Kemijski sastav TiAlN prevlake:

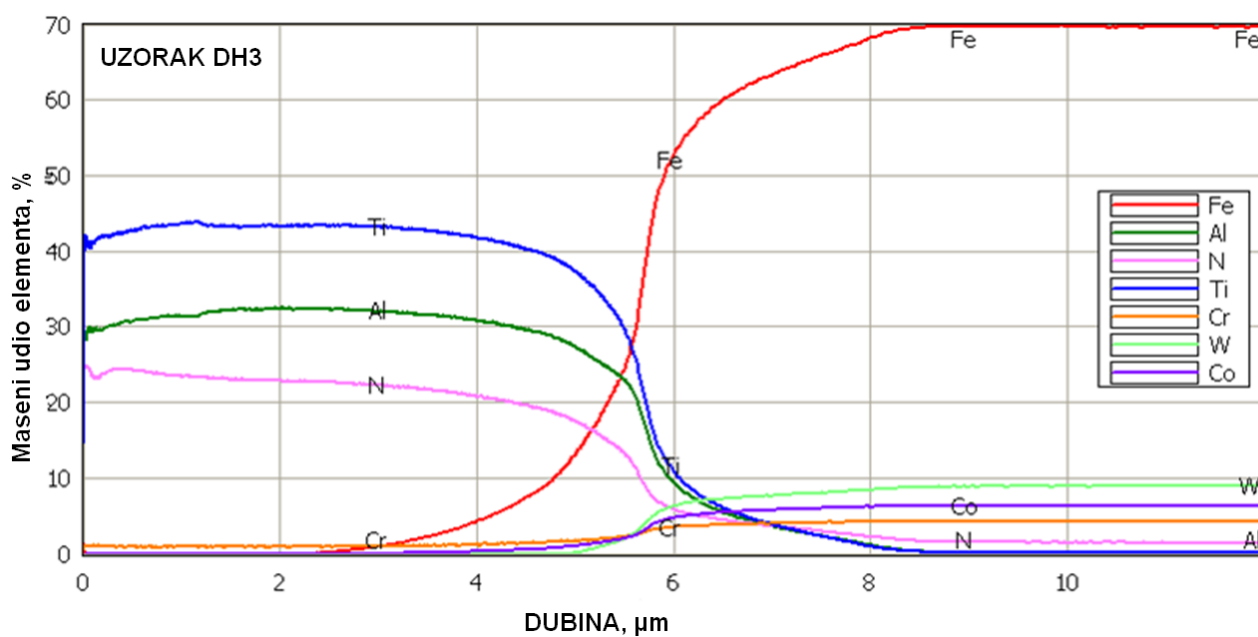
a) stanje P2

b) stanje DH2





a)



b)

Slika 6.48: Kemijski sastav TiAlN prevlake:

a) stanje P3

b) stanje DH3

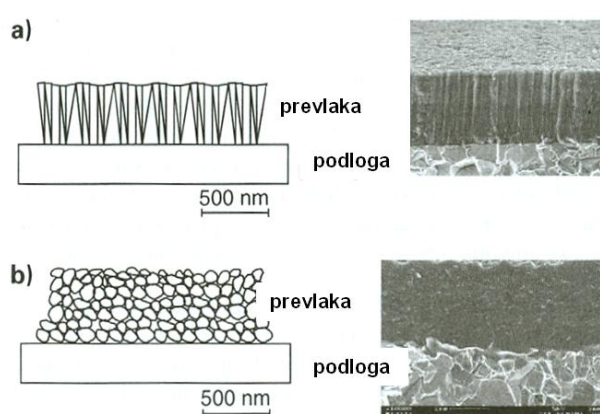
### *Ispitivanje mikrostrukture uzoraka s TiAlN prevlakom*

Ispitivanje mikrostrukture prevlaka uključuje i ispitivanje područja adhezijske veze prevlake i osnovnog materijala te stanje površine prevlake što se preklapa s topografijom. Mikrostruktura prevlaka promatra se na poprečnom prijelomu i na metalografski pripremljenom poprečnom presjeku uzoraka.

Mikrostruktura prevlake posljedica je dinamike njezinog rasta. Razlikuju se tri načina rasta tankih prevlaka [18]:

- slojeviti način - prevlaka raste jednakomjerno u monoatomskim slojevima
- točkasti način – prevlaka raste na način da prvo rastu nepovezana zrna koja kasnije rastu dok ne pokriju cijelu podlogu
- miješani način – prvo monoatomska prevlaka pokrije podlogu, a daljnji rast je točkast.

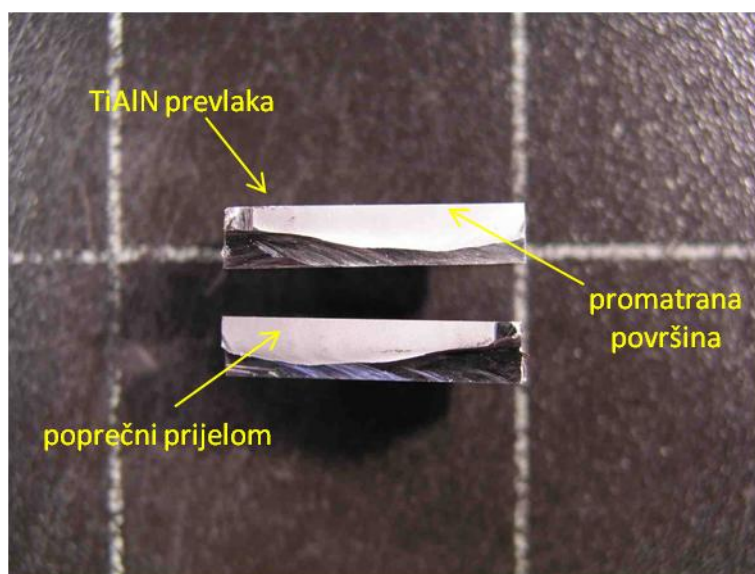
Tvrde tanke prevlake dobivene PVD postupkom uglavnom rastu na točkasti način. Nukleacija najčešće započinje na karbidnim zrnima podloge, na različitim greškama, granicama zrna, neravninama itd. Kada zrna prekriju površinu podloge zrna dalje rastu pravokutno na podlogu prema gore. Na taj način nastaje stupačasta mikrostruktura prevlaka, slika 6.49. Anizotropna mikrostruktura prevlaka utječe i na njihova svojstva.



Slika 6.49: Shematski prikaz stupačaste (a) i fino-zrnate (b) mikrostrukture prevlake [18]

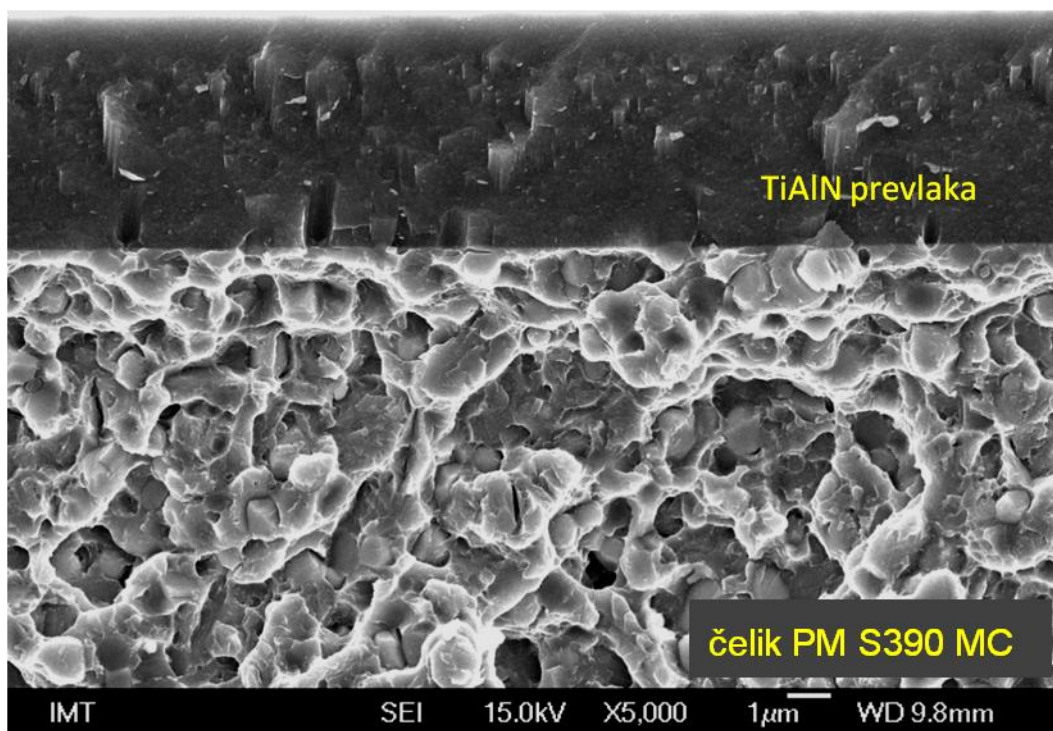
Mikrostrukture prevlake i podloge utječu na tvrdoću prevlake te njenu prionjivost za podlogu. Na mikrostrukturu prevlake ne utječu samo parametri kao što su temperatura i prednapon (eng. bias) podloge već i struktura i kemijski sastav koji također imaju veliki utjecaj. Kod brzoreznog čelika kao podloge na MC karbidima (koji su primarno vanadij karbidi, VC) TiN raste epitaksijalno ukoliko je površina podloge dovoljno dobro pripremljena tj. očišćena. Epitaksijalni rast daje velika zrna i malu energiju na sučelju što rezultira dobrom adhezijskom vezom prevlake i podloge. Takav rast velikih zrna iznad MC faze, s druge strane, može dovesti do stvaranja šupljina po granicama zrna, što rezultira manjom tvrdoćom prevlake [56].

Mikrostruktura uzoraka oznaka DH2, DH3, P2 i P3 promatrana je na FE-SEM mikroskopu na poprečnom prijelomu (slika 6.50) uzoraka pripremljenim u Institutu „Jožef Stefan“.

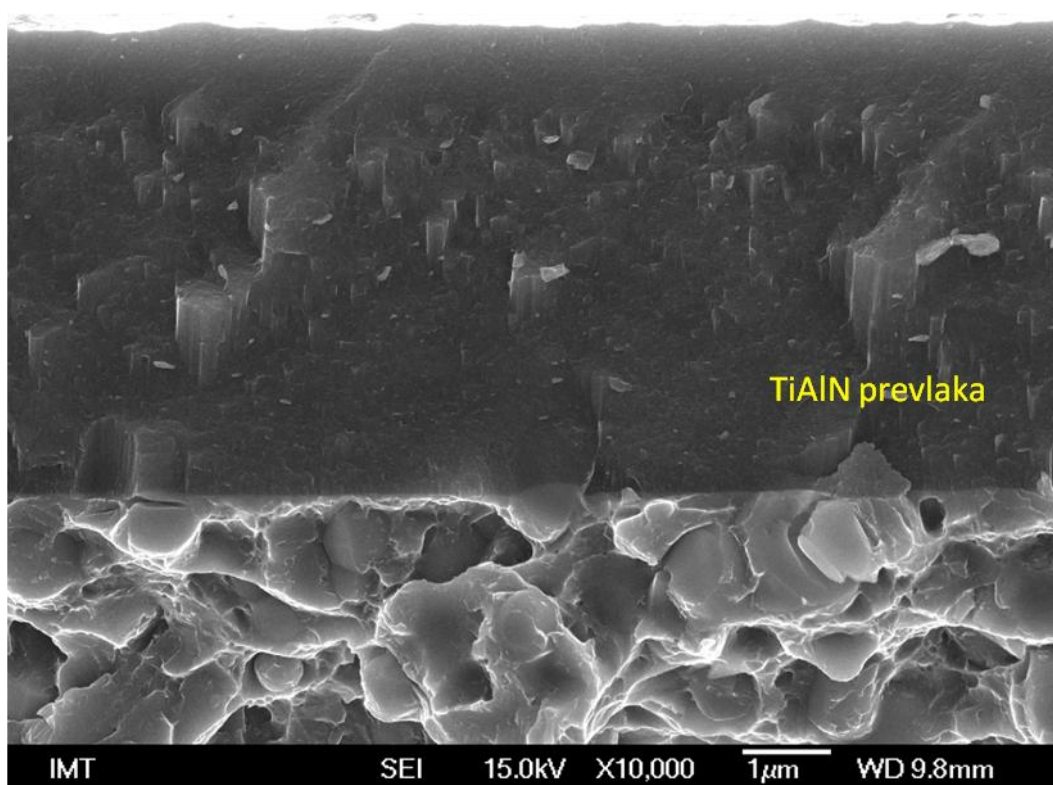


Slika 6.50: Poprečni prijelom uzorka

Na slikama 6.51 do 6.54 prikazane su mikrostrukture uzorka stanja P2, P3, DH2 i DH3.



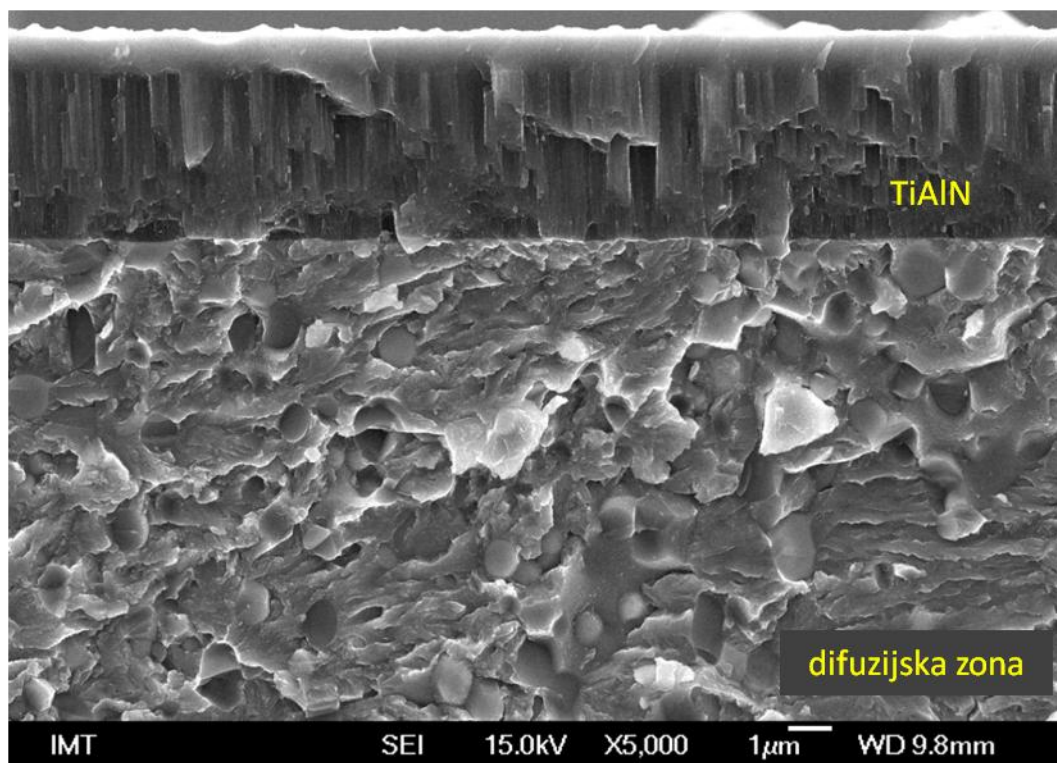
a)



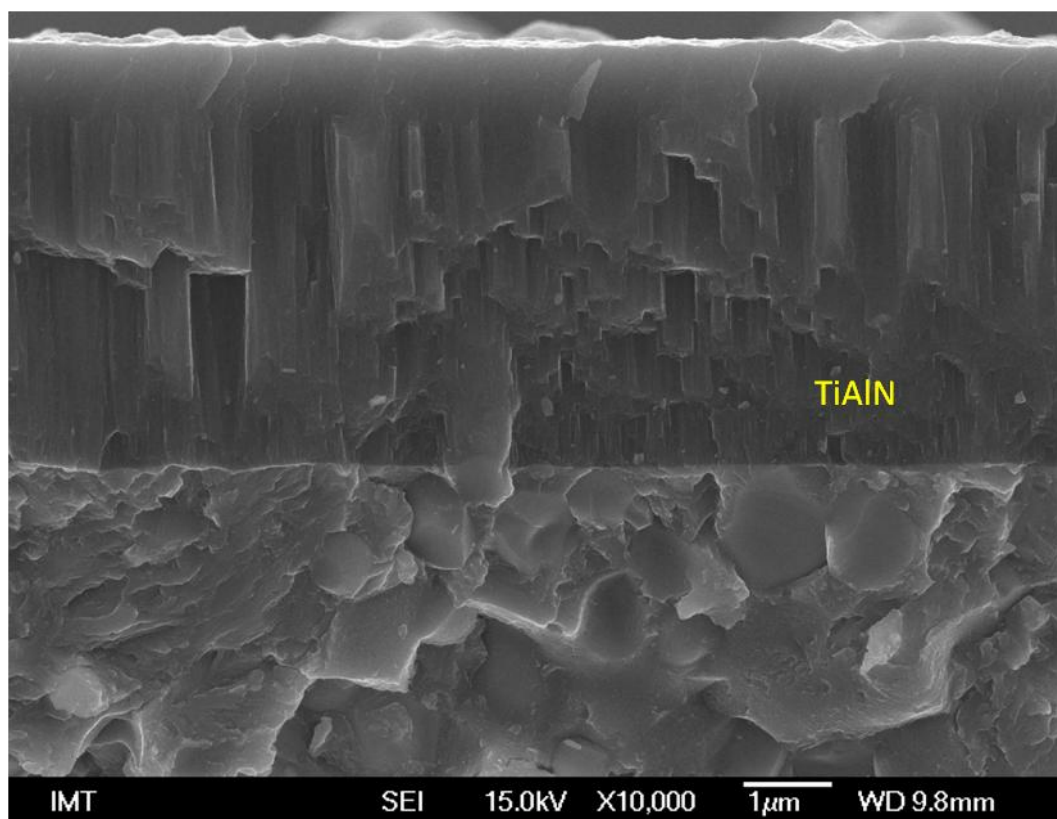
b)

Slika 6.51: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka P2: a) manja povećanje, b) veće povećanje



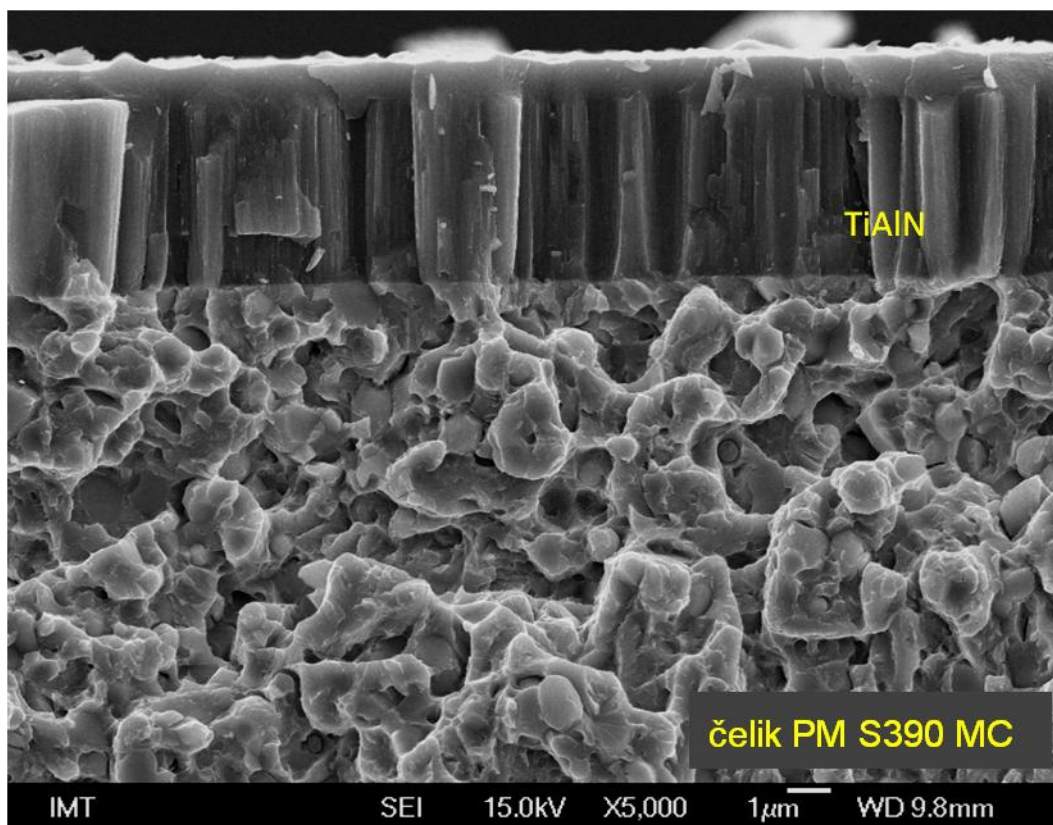


a)

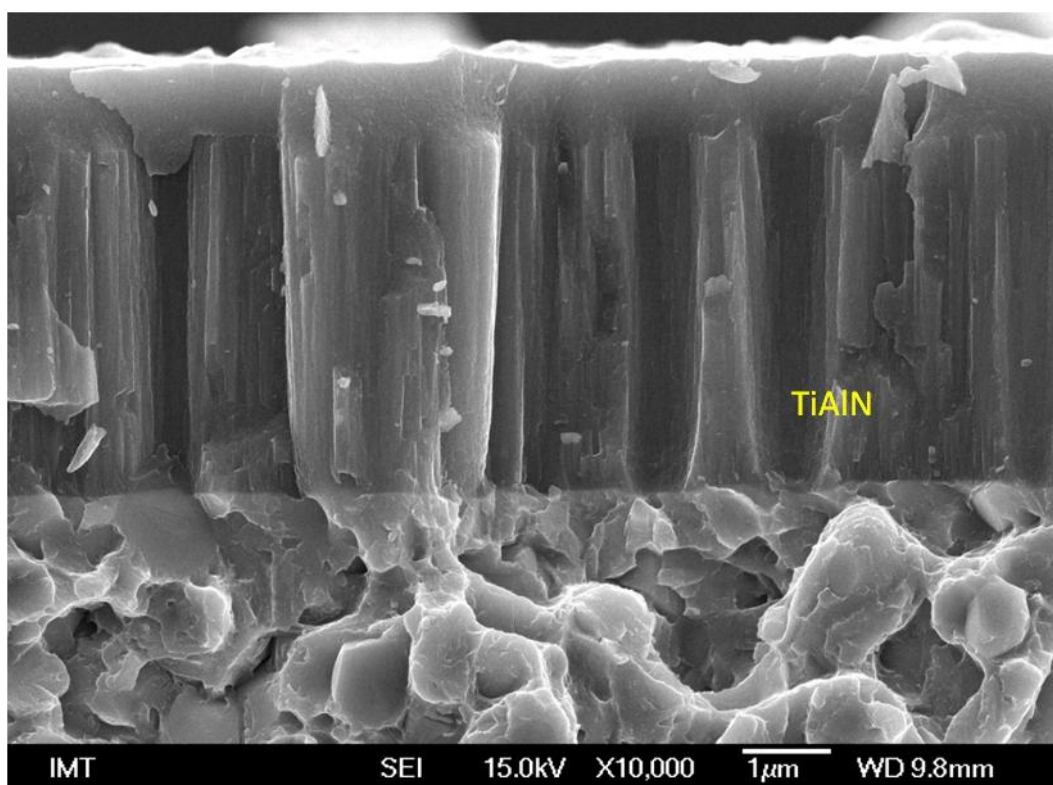


b)

Slika 6.52: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka P3: a) manja povećanje, b) veće povećanje



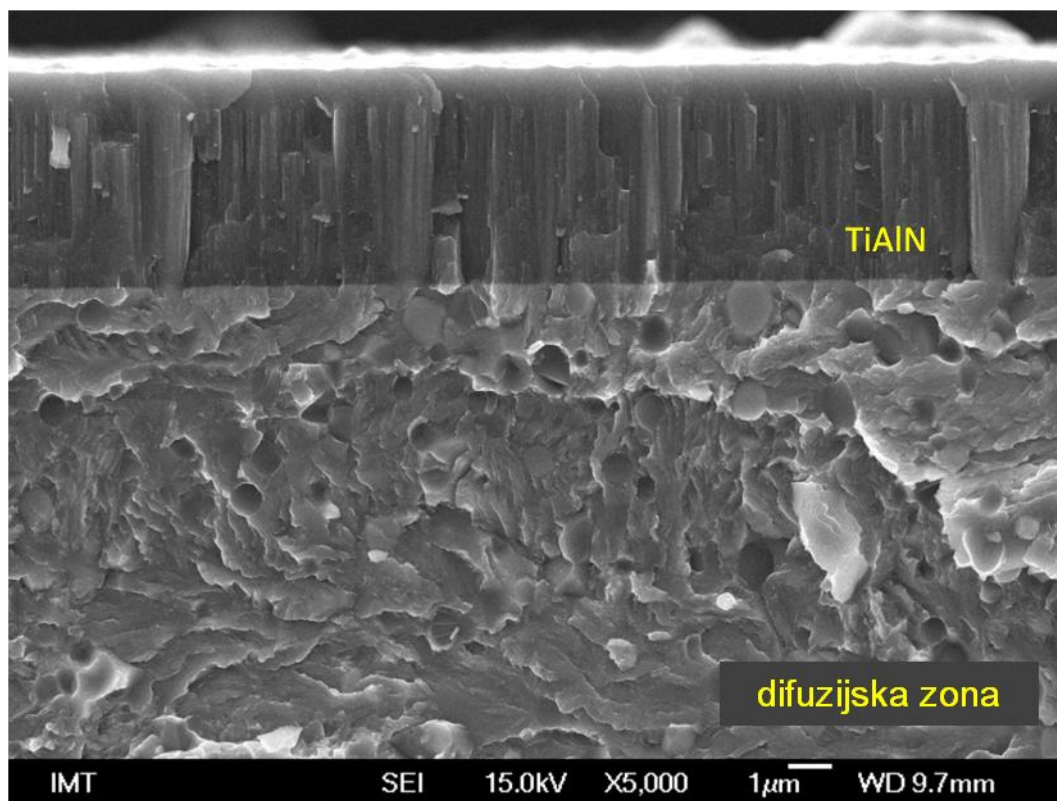
a)



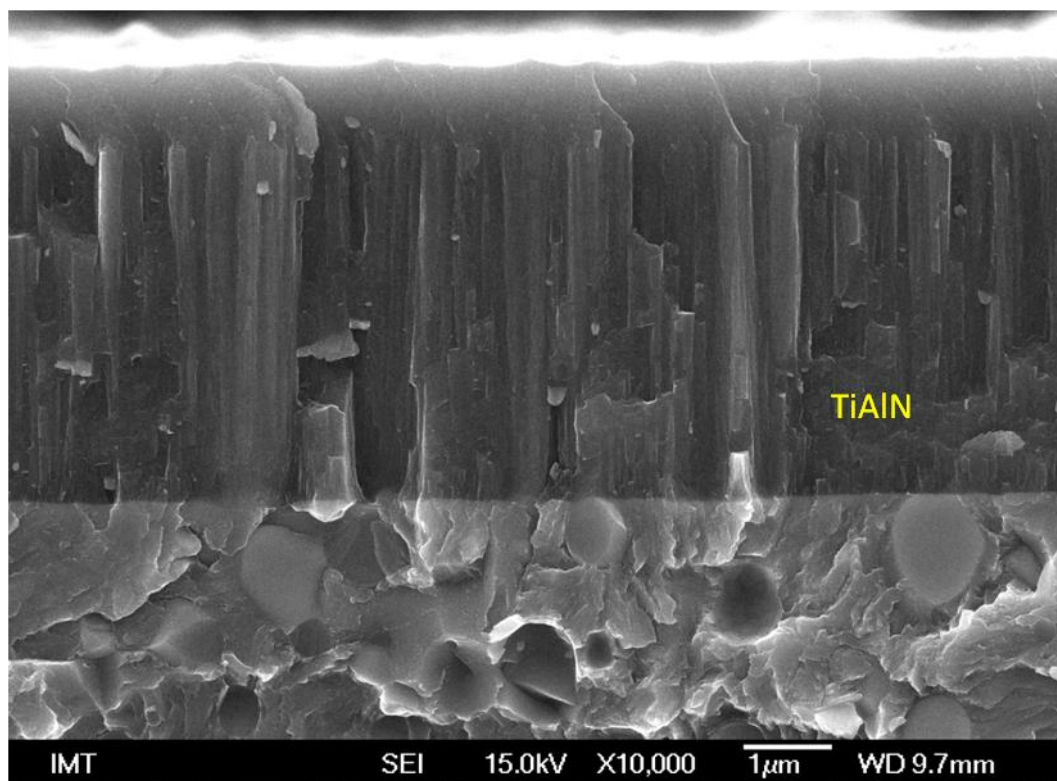
b)

Slika 6.53: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka DH2: a) manja povećanje, b) veće povećanje





a)

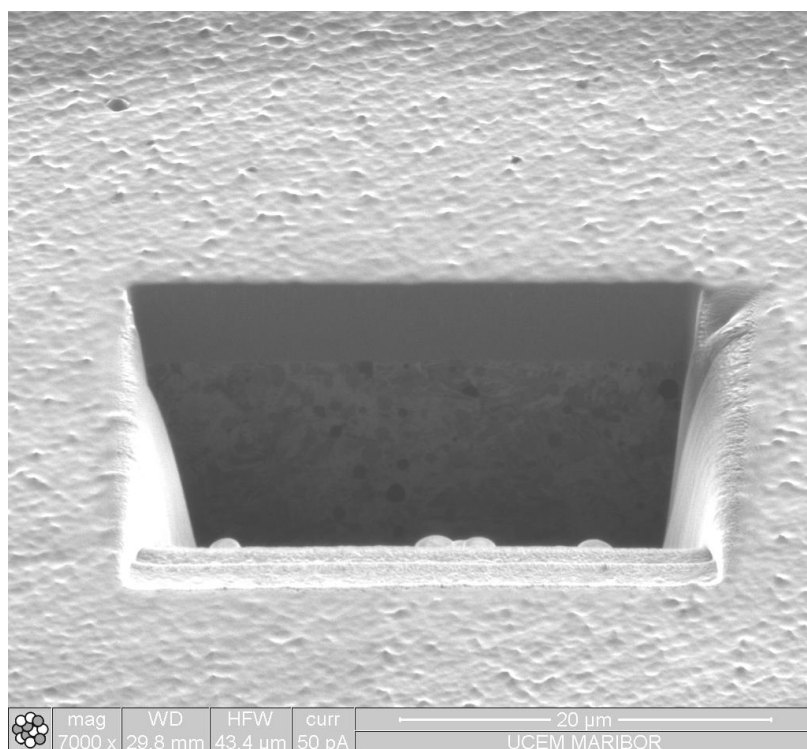


b)

Slika 6.54: FE SEM slika mikrostrukture prijeloma uzorka DH3: a) manje povećanje, b) veće povećanje

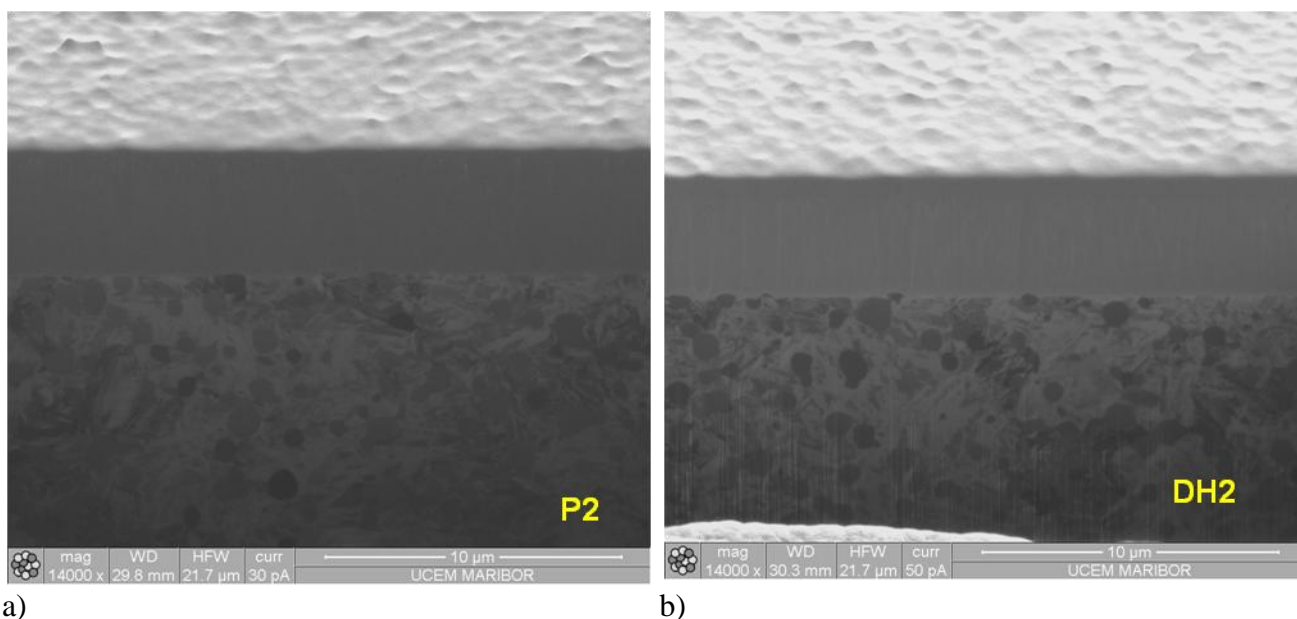
Mikrostruktura prevlake te adhezijska veza prevlake i osnovnog materijala ispitana je i fokusiranim snopom iona (eng. Focused Ion Beam analyses – FIB). Ispitivanje je provedeno na Fakultetu za strojništvo Univerze v Mariboru. Uzorak je pripremljen i analiziran na mikroskopu s dva izvora energije, elektroni i ioni, na uređaju Dual beam microscope (ion and electron) Quanta 200 3D, FEI.

Krater za analizu je izdubljen fokusiranim snopom iona. Struja iona kod grubog dubljenja bila je 3 – 20 nA, srednje obrade 0,5 – 1 nA, a kod završnog poliranja 0,1 – 0,5 nA. Za mikroskopsku analizu korištena je mala struja iona, oko 10 pA. Na slikama 6.55 – 6.58 prikazani su rezultati FIB analize.

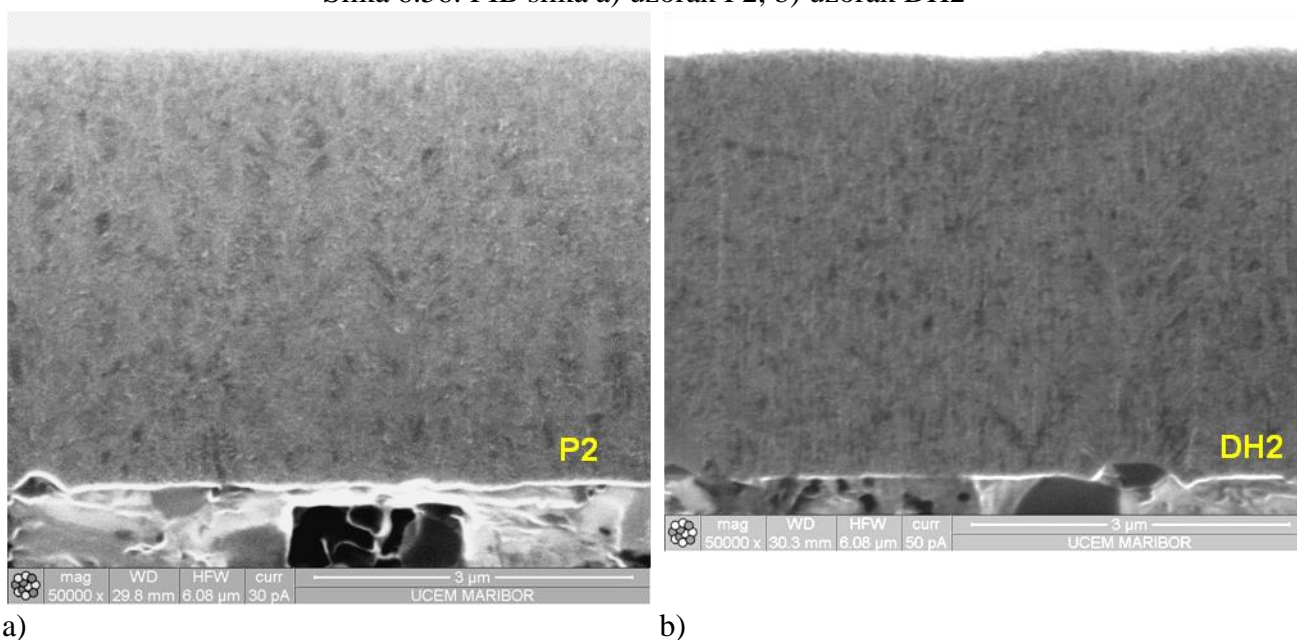


Slika 6.55: Krater u uzorku P2 napravljen fokusiranim snopom iona

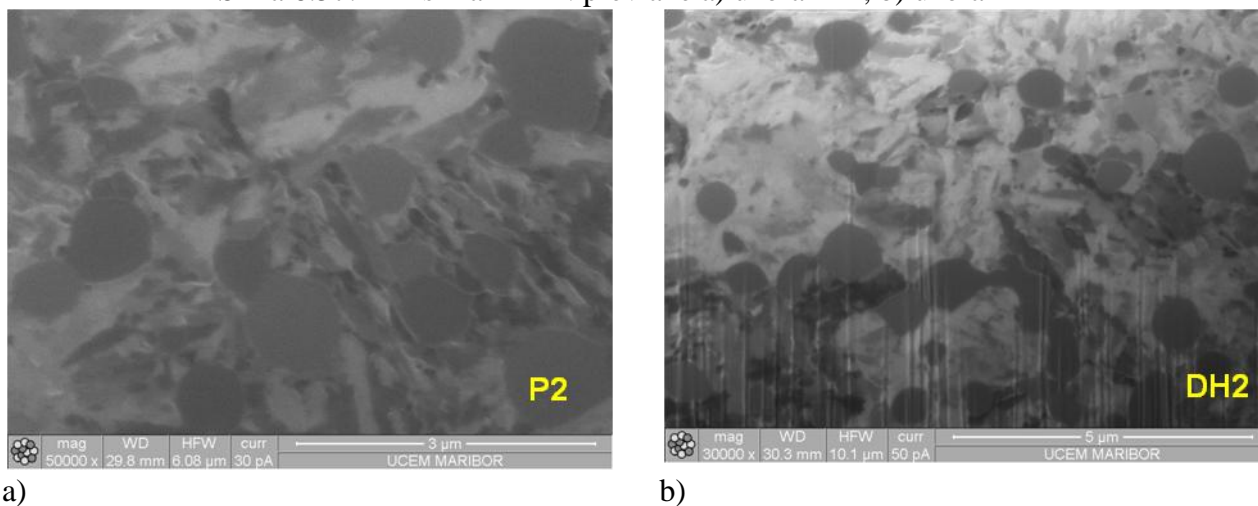
Analizom fokusiranim snopom iona vidljiv je orijentacijski kontrast faza u promatranoj mikrostrukturi osnovnog materijala, slika 6.58. Za razliku od analize na FE SEM kod koje se elektroni odbijaju od mikrostrukturnih neravnina (reljefa) koje su dobivene različitim nagrivanjem pojedinih faza, kod snimanja uzorka ionima ioni se odbijaju od kristalografskih ravnina u pojedinim fazama pod različitim kutovima što rezultira svjetlijim i tamnijim područjima u mikrostrukturi.



Slika 6.56: FIB slika a) uzorak P2, b) uzorak DH2



Slika 6.57: FIB slika TiAlN prevlake a) uzorak P2, b) uzorak DH2

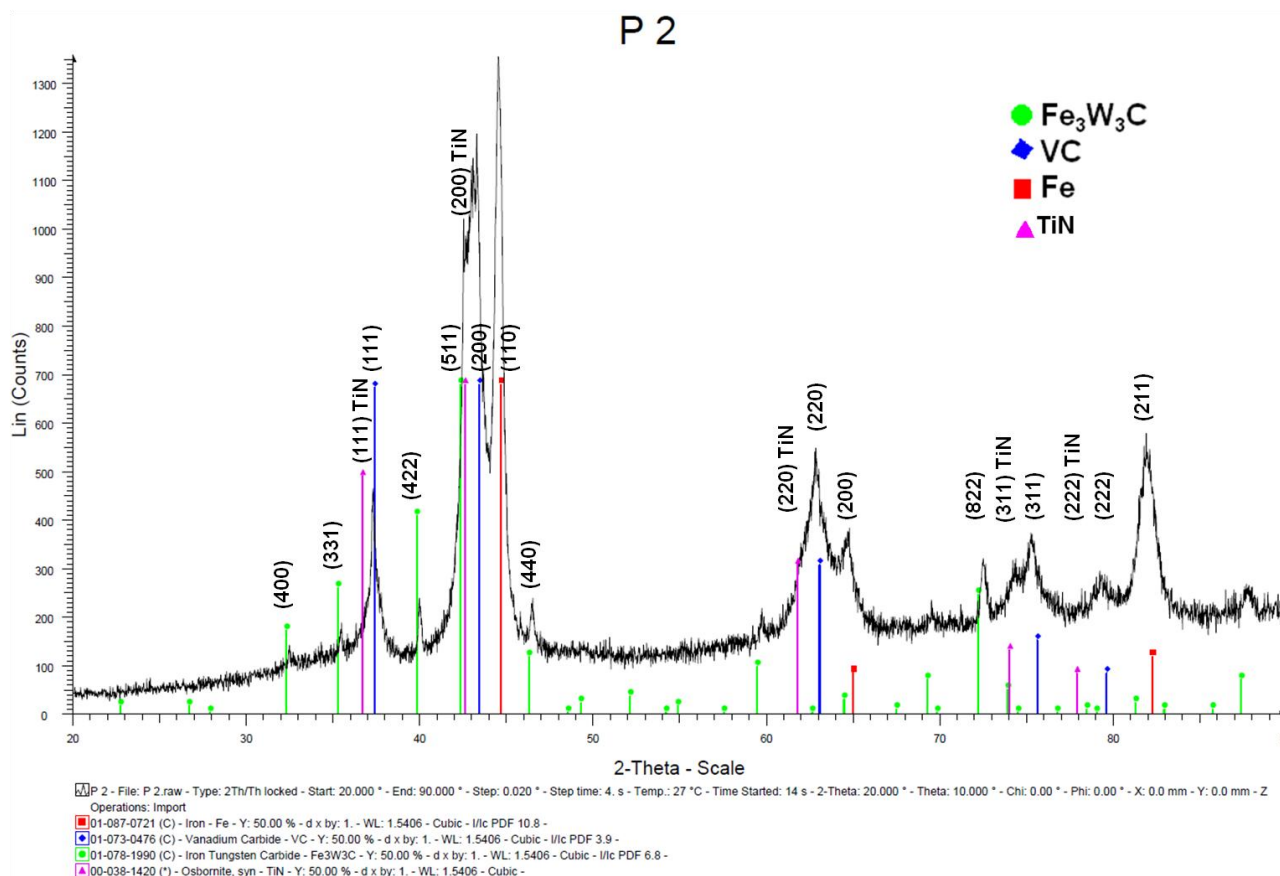


Slika 6.58: FIB slika brzoreznog čelika PM S390 MC a) uzorak P2, b) uzorak DH2

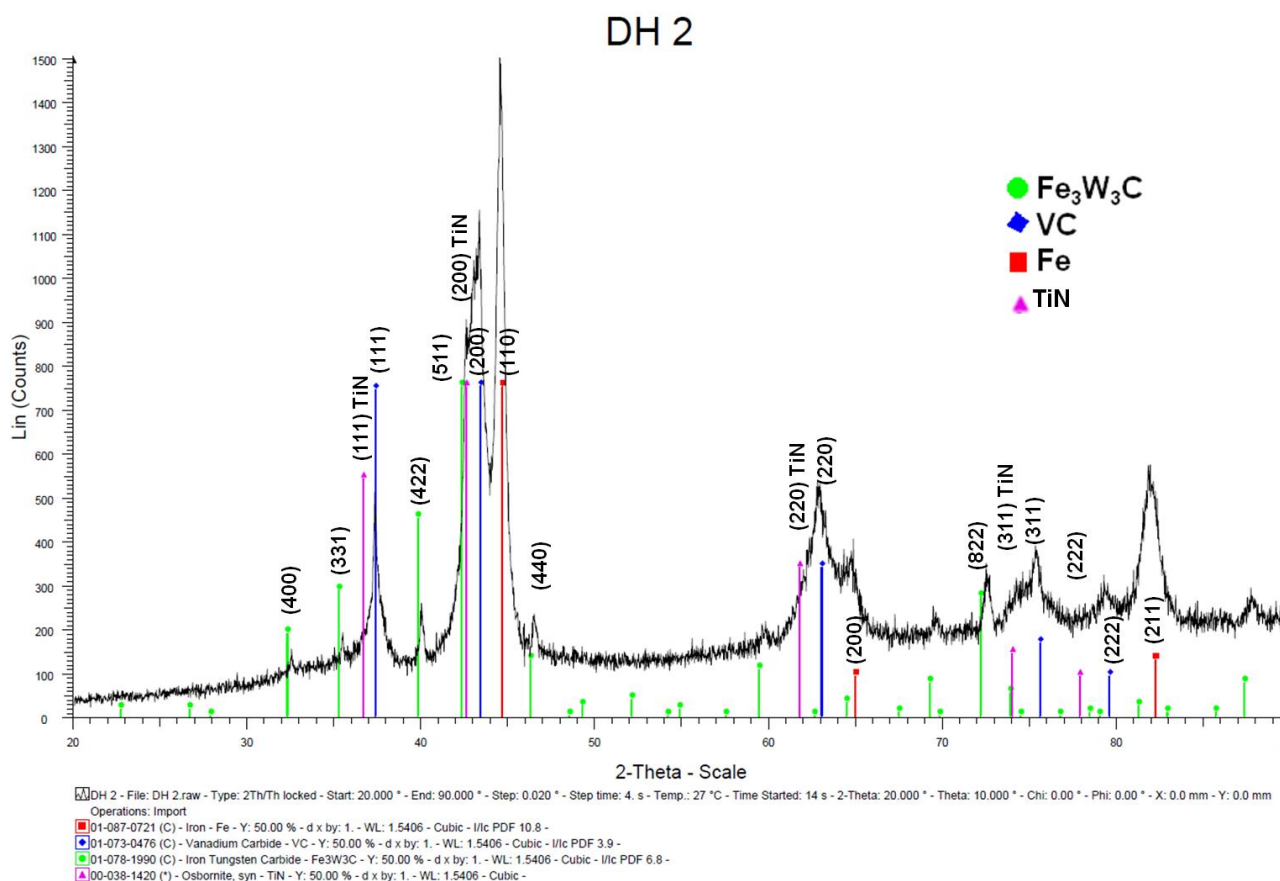


## Rendgenska difrakcija (XRD analiza)

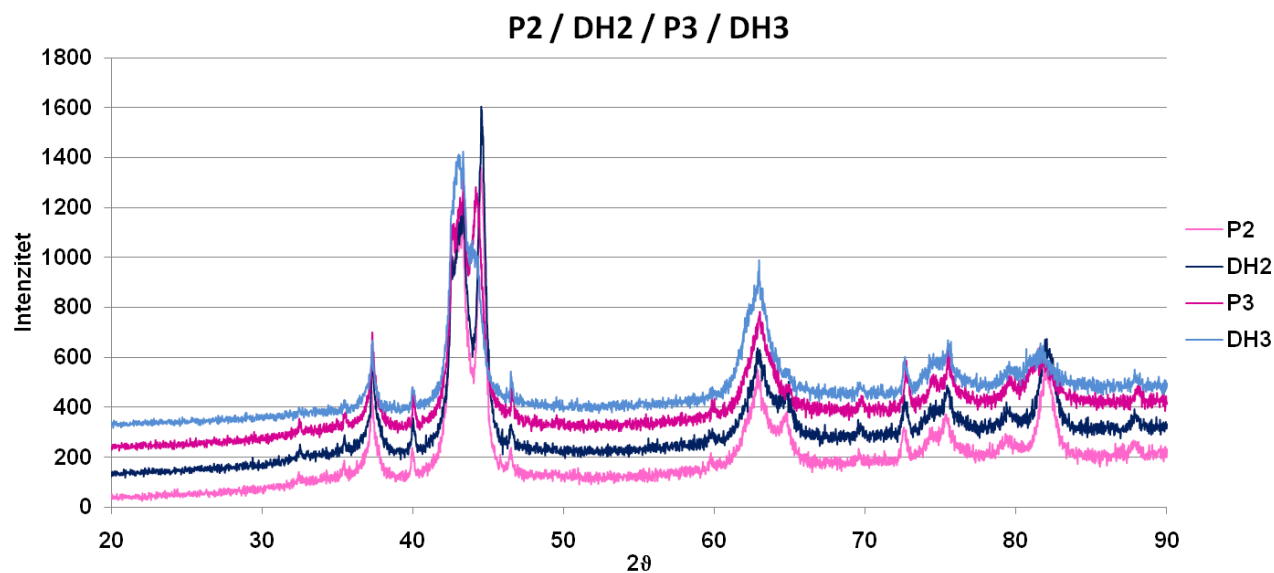
Radi određivanja mikrostrukturnih faza i utvrđivanja razlika u mikrostrukturi između pojedinih stanja ispitni uzorci stanja P2, P3, DH2 i DH3 ispitani su rendgenskom difrakcijom. Informacije iz rendgenograma možemo dobiti iz širine difrakcijskih maksimuma, difrakcijskih kutova i njihove visine. Na oblik difrakcijskih maksimuma utječu unutarnje napetosti, defekti u mikrostrukturi, nehomogena razdioba dislokacija u mikrostrukturi, orijentacija kristalnih zrna, itd. Iz difrakcijskih spektara moguće je odrediti kolika je distorzija kristalne rešetke, orijentaciju kristalnih zrna, veličinu kristalnih zrna, veličinu mikrodeformacija i teksturu prevlake [57]. Rendgenska difrakcija provedena je u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani. Rendgenogrami stanja P2 i DH2 prikazani su na slikama 6.59 i 6.60, ostala stanja dana su u prilogu III. Na slici 6.61 prikazan je usporedni dijagram svih stanja s prevlakama.



Slika 6.59: Rendgenogram uzorka P2



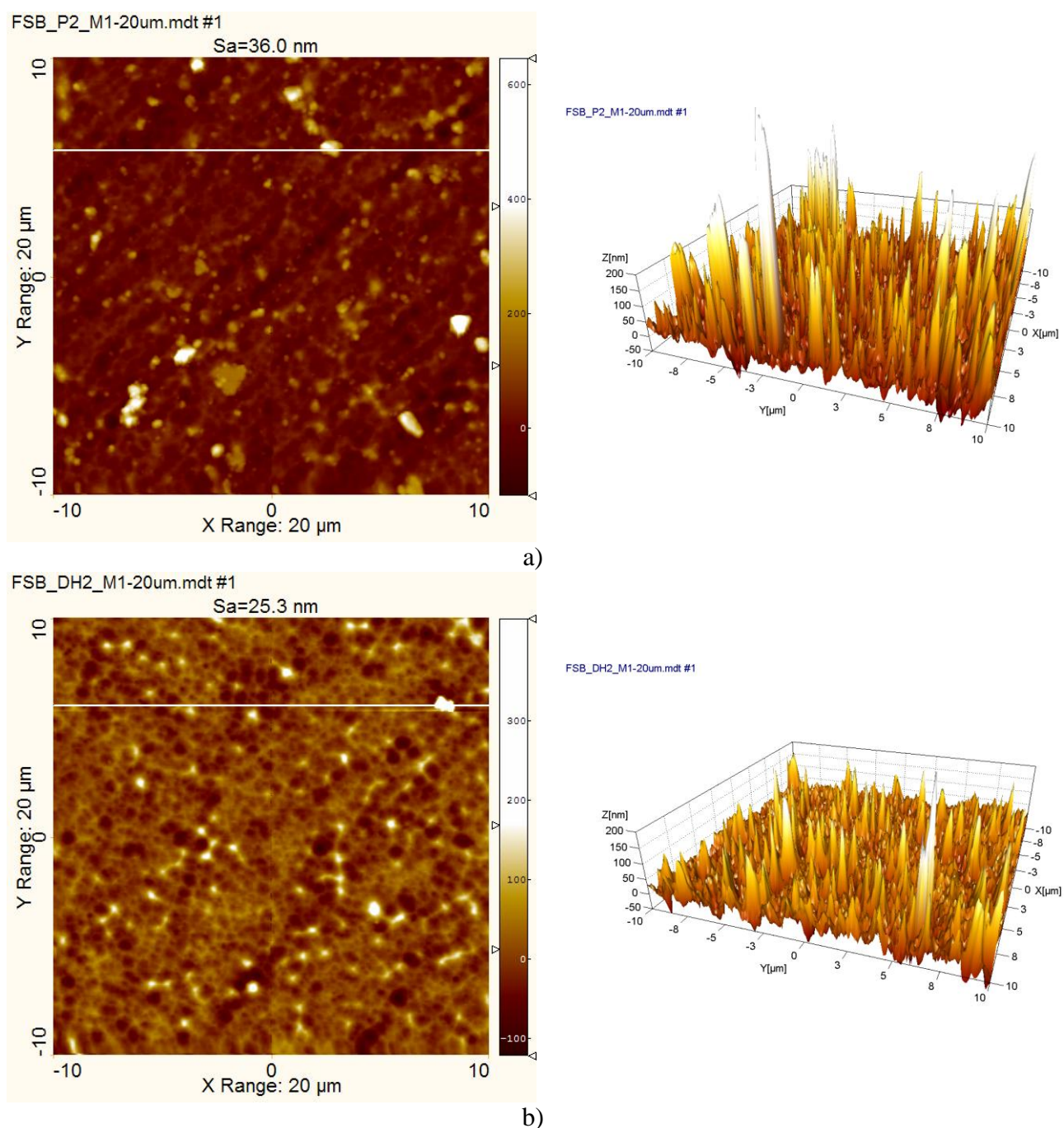
Slika 6.60: Rendgenogram uzorka DH2



Slika 6.61: Usporedni rendgenogrami uzorka P2, DH2, P3 i DH3

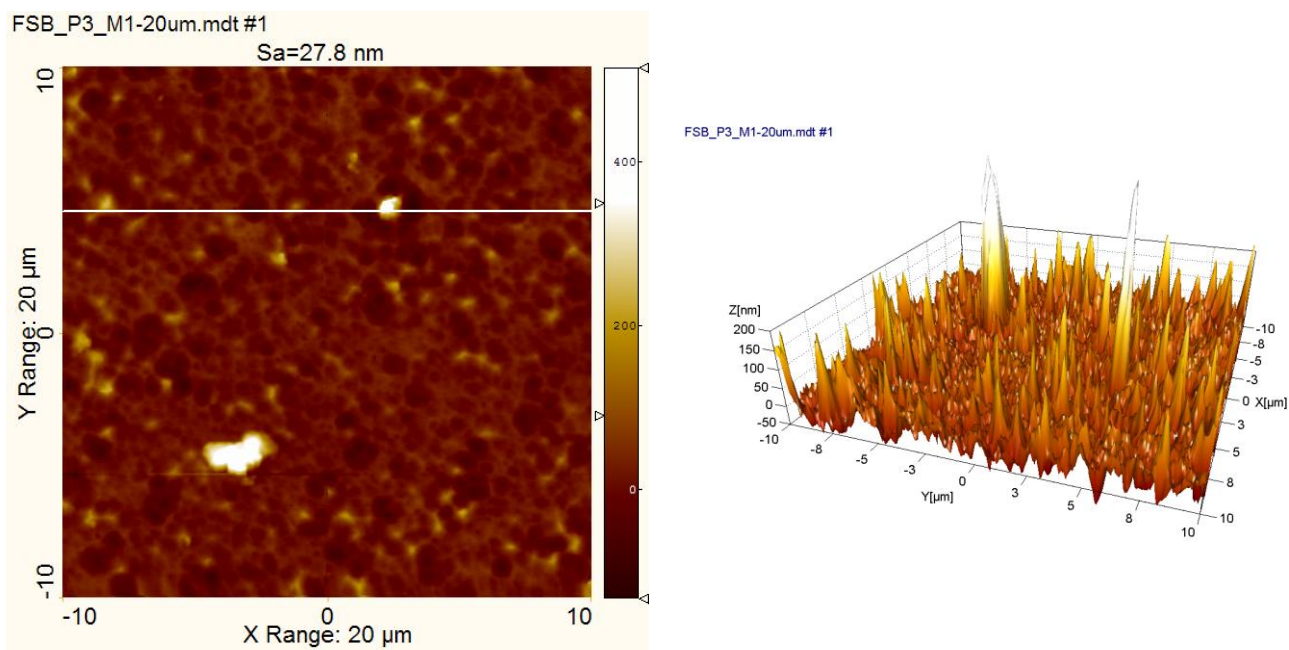
### AFM analiza

AFM analiza (opisana u poglavlju 6.5) uzoraka s prevlakom provedena je u Institutu „Jožef Stefan“ u Ljubljani. AFM analiza provedena je kako bi se vidjela topografija prevlake iz koje je vidljiv i način rasta prevlake tj. uobičajeno su vidljivi stupići prevlake, epitaksijani rast iznad karbida. Na slici 6.62 i 6.63 prikazani su rezultati AFM analize. U slučaju ispitnih uzoraka analiziranih u ovom radu stupići nisu jasno izraženi jer je tijekom postupka depozicije nakon ionskog jedkanja prevlake nanesen završni amorfni sloj debljine oko 1  $\mu\text{m}$ .

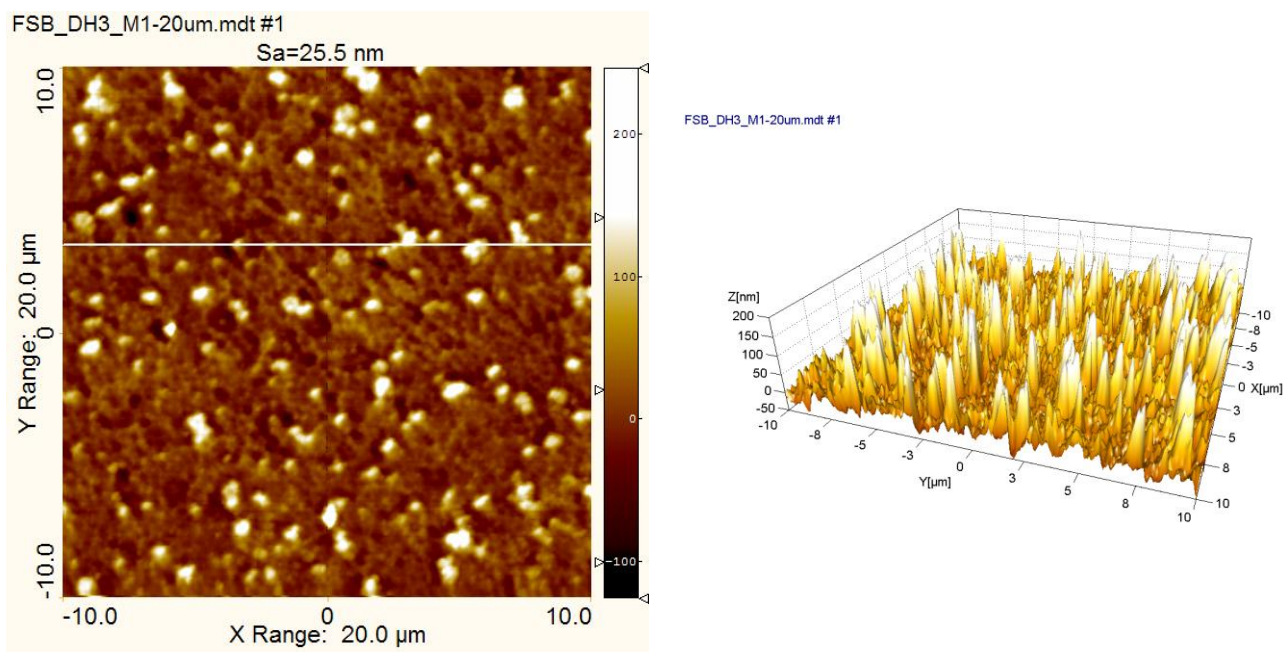


Slika 6.62: AFM slike uzoraka a) P2, b) DH2





a)

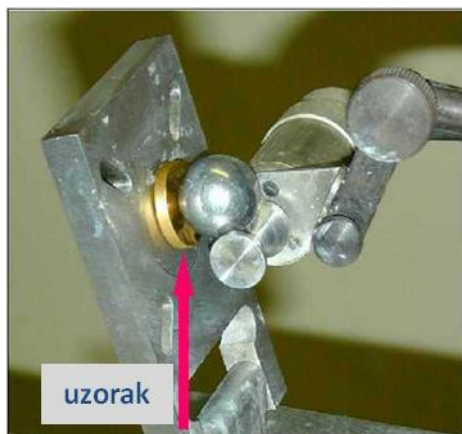


b)

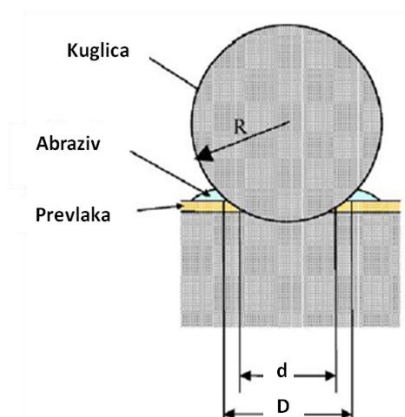
Slika 6.63: AFM slike uzoraka a) P3 b) DH3

### 6.6.2 Debljina prevlake

Debljina prevlake značajno utječe na njezina svojstva. Debljina TiAlN prevlake u ovom ispitivanju mjerena je standardnom metodom utiskivanja kuglice (ball cratering) ili kalotestom. Ispitivanje je provedeno prema normi EN 1071-2,2003 i prikazano je na slici 6.64.



a)



b)

Slika 6.64: Metoda utiskivanja kuglice a) smještaj uzorka u uređaj  
b) princip ispitivanja

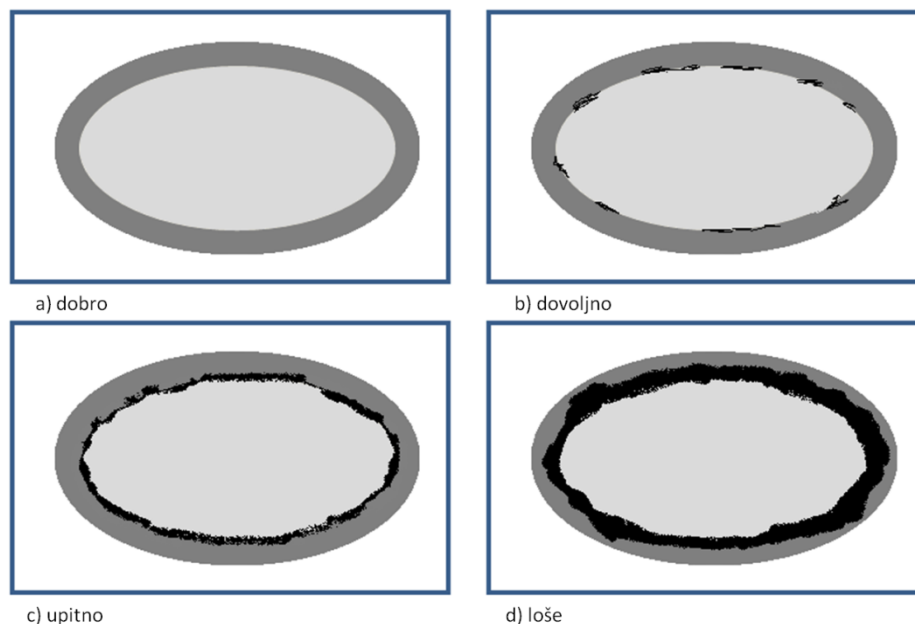
Cilj metode je stvaranje kratera u obliku kalote na uzorku. Kuglica poznatih dimenzija, koja može biti fiksna (engl. fixed ball cratering system) ili slobodna (engl. free ball cratering system), okreće se određenom brzinom uz prisutnost abraziva. Postupak traje dok kuglica ne probije prevlaku. Nakon toga se iz unutarnjeg i vanjskog promjera otiska, koji se očitavaju pomoću svjetlosnog mikroskopa, izračunava debljina prevlake prema izrazu:

$$d = \frac{D^2 - d^2}{8R}$$

Pri čemu je:

- $D$  – vanjski promjer otiska
- $d$  – unutarnji promjer otiska
- $R$  – polumjer kuglice

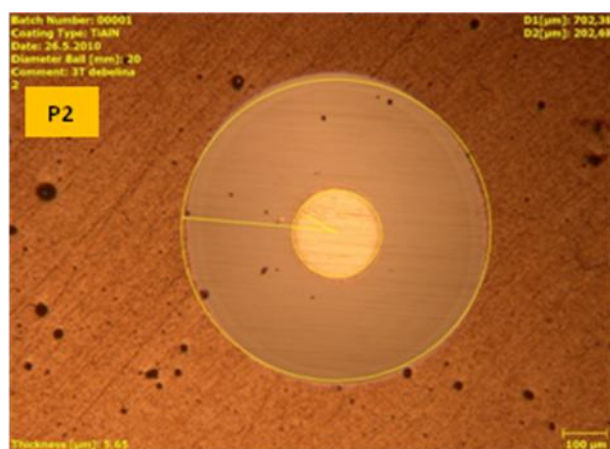
Ova metoda se koristi i za kvalitativnu ocjenu adhezivnosti (prionjivosti) jer ukoliko prionjivost nije dobra dolazi do lokalnog ljuštenja prevlake. Na slici 6.65 prikazan je kriterij za procjenu adhezivnosti prevlake ovom metodom. U pripravi je također i standard za ispitivanje otpornosti na abraziju prevlaka ovom metodom.



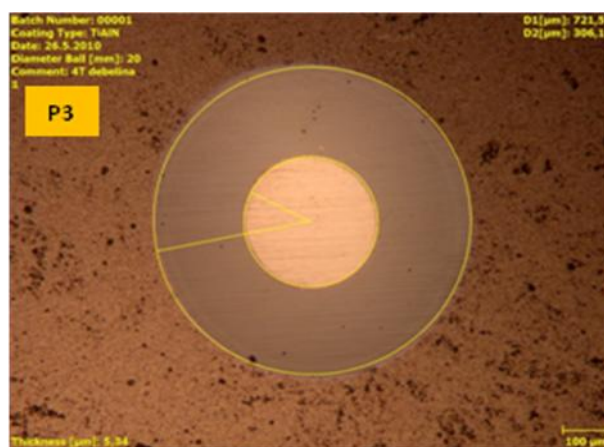
Slika 6.65: Kriteriji za procjenu adhezivnosti prevlake metodom utiskivanja kuglice

Određivanje debljine prevlake provedeno je na Institutu „Jožef Stefan“, Center za trde prevlake u Ljubljani na uređaju vlastite izrade.

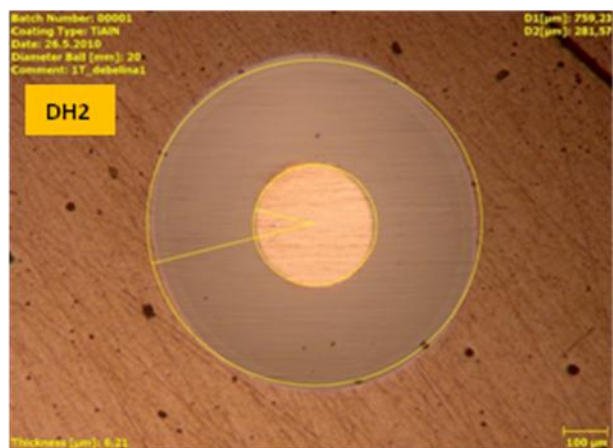
Na slici 6.66 prikazani su otisci nastali utiskivanjem kuglice na uzorcima stanja P2, P3, DH2 i DH3.



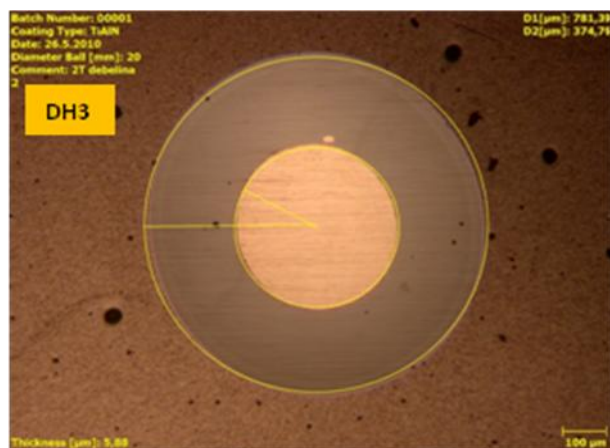
a)



b)



c)



d)

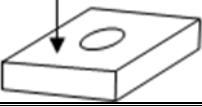
Slika 6.66: Tragovi trošenja na ispitnim uzorcima: a) P2, b) P3, c) DH2, d) DH3

U tablicama 6.18, 6.19 i 6.20 prikazani su rezultati određivanja debljine prevlake. Debljina na uzorcima za laboratorijska ispitivanja je mjerena na po tri uzorka od svakog stanja. Debljina prevlake na reznim pločicama mjerena je na prednjoj i stražnjoj površini, na tri rezne pločice od svakog stanja.

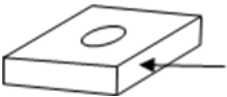
Tablica 6.18: Debljina TiAlN prevlake na uzorcima za laboratorijska ispitivanja

br. ispitivanja	DH2	DH3	P2	P3
1	6,2	5,9	5,7	5,3
2	6,2	5,9	5,7	5,3
3	6,2	5,9	5,7	5,2
4	6,2	5,9	5,0	5,6
5	5,3	6,5	6,1	6,2
<b>prosječna debljina prevlake, μm</b>	<b>6,0</b>	<b>6,1</b>	<b>5,6</b>	<b>5,5</b>

Tablica 6.19: Debljina TiAlN prevlake na prednjoj površini reznih pločica

br. ispitivanja	DH2	DH3	P2	P3
	1,4	1,3	1,3	1,4
	1,4	1,6	1,8	1,1
	1,2	1,4	1,2	1,2
<b>prosječna debljina prevlake, μm</b>	<b>1,4</b>	<b>1,4</b>	<b>1,4</b>	<b>1,2</b>

Tablica 6.20: Debljina TiAlN prevlake na stražnjoj površini reznih pločica

br. ispitivanja		DH2	DH3	P2	P3
	1	2,8	2,8	2,8	2,5
	2	2,8	2,7	2,8	2,8
	3	2,6	2,6	2,6	3,1
prosječna debljina prevlake, $\mu\text{m}$		2,7	2,7	2,7	2,7

Iz izmjerenih veličina vidljivo je da se debljina prevlake razlikuje na uzorcima za laboratorijska ispitivanja i na reznim pločicama. Razlog tome je što je pri depoziciji prevlake rotacija uzoraka za laboratorijska ispitivanja bila dvostruka, a rotacija reznih pločica trostruka.

### 6.6.3 Tvrdća prevlake

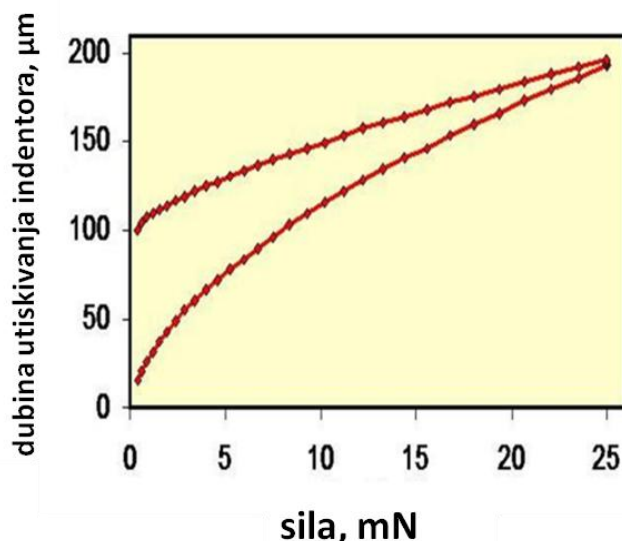
Problem mjerenja tvrdoće tvrdih tankih prevlaka je što se pri prevelikom opterećenju elastična i plastična zona otiska protežu na podlogu koja onda utječe na izmjerene vrijednosti. Okvirno pravilo kod mjerenja tvrdoće tankih tvrdih prevlaka je da maksimalna dubina utiskivanja smije biti jednaka jednoj desetini debljine prevlake. Pri mjerenju tvrdoće i odabiru opterećenja također treba uzeti u obzir i površinsku hrapavost prevlake koja značajno utječe na rezultate pogotovo kod vrlo malih opterećenja od nekoliko mN.

Uređaji za mjerenje mikro i nano tvrdoće tvrdih prevlaka određuju tvrdoću iz krivulje ovisnosti dubine utiskivanja,  $h$ , o sili utiskivanja,  $F(h)$ . Time se izbjeglo optičko određivanje veličine otiska i subjektivna procjena mjeritelja. Za mjerenje mikrotvrdoće tankih tvrdih prevlaka uglavnom se koristi Vickersova metoda, a za mjerenje nanotvrdoće metoda Berkovitz. Prema ISO 14577, 2002. podjela ispitivanja tvrdoće jest:

- makrotvrdoća:  $2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$
- mikrotvrdoća:  $F < 2 \text{ N}$  i  $h > 0,2 \mu\text{m}$
- nanotvrdoća:  $h \leq 0,2 \mu\text{m}$

Prema ISO 14577-1, 2002 tvrdoća se određuje iz krivulje  $F(h)$  (slika 6.67) koja se očitava tijekom opterećenja i rasterećenja.





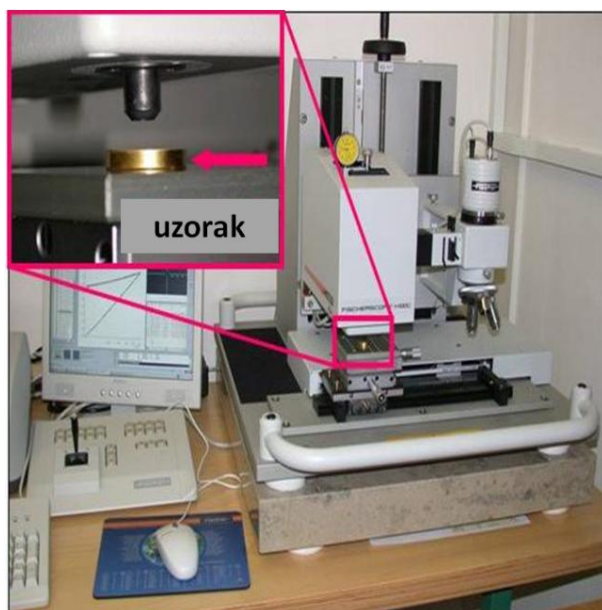
Slika 6.67: Krivulja sila – dubina utiskivanja indentora,  $F(h)$

Dio krivulje koji nastaje kod opterećenja predstavlja otpornost uzorka prodiranju indentora u materijal te pokazuje elastična i plastična svojstva materijala tj. prevlake. Dio krivulje koji nastaje pri rasterećenju pokazuje elastični povrat materijala. Iz te je krivulje, uz poznavanje geometrije indentora, moguće izračunati tvrdoću, modul elastičnosti te energiju elastične i plastične deformacije [18].

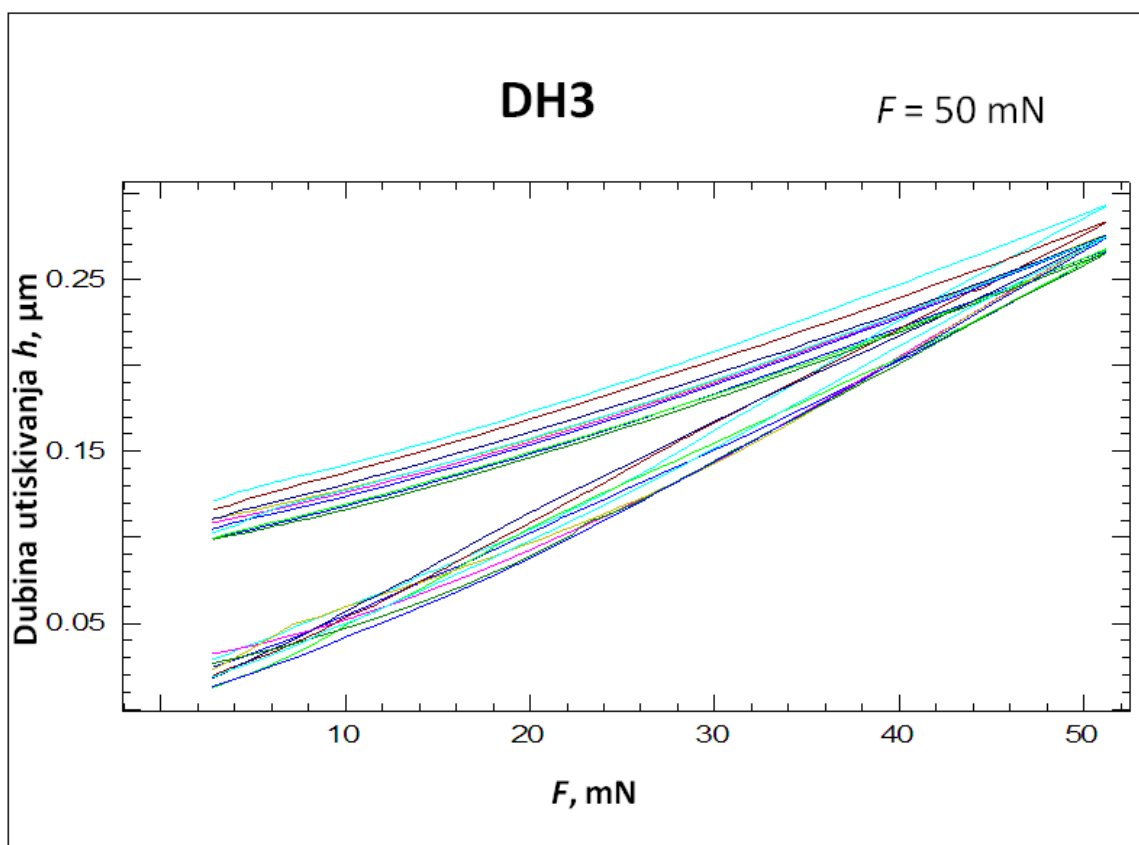
Tvrdoća TiAlN prevlake na ispitnim uzorcima stanja P2, P3, DH2 i DH3 ispitivana je u Institutu „Jožef Stefan“, Center za trde prevlake u Ljubljani. Ispitivanje je provedeno na uređaju Vickers nanohardness tester, Fisherscope H100C, raspon opterećenja 0,4 mN – 1 N (40 mg – 100 g), slika 6.68.

Ispitivanje je provedeno sa šest različitih opterećenja: 50, 100, 200, 300, 500 i 1000 mN. Sa svakim opterećenjem napravljeno je minimalno dvadeset utiskivanja, ali je zbog velike osjetljivosti metode kod svakog opterećenja odbačeno pet do deset rezultata. Tvrdoća je mjerena dok nije dobiveno barem petnaest pravilnih mjerenja. Na slici 6.69 prikazane su krivulje sila,  $F$  – dubina utiskivanja,  $h$  za uzorak DH3 pri opterećenju 50 mN. Prije ispitivanja tvrdoće uzorci su lokalno ispolirani s dijamantnom pastom promjera abraziva 1  $\mu\text{m}$ . Rezultati ispitivanja prikazani su na slikama 6.70, 6.71 i tablicama 6.21, 6.22.





Slika 6.68: Vickers nanotvrdomjer, Fisherscope H100C



Slika 6.69: Krivulje sila – dubina utiskivanja za uzorak DH3 pri opterećenju 50mN

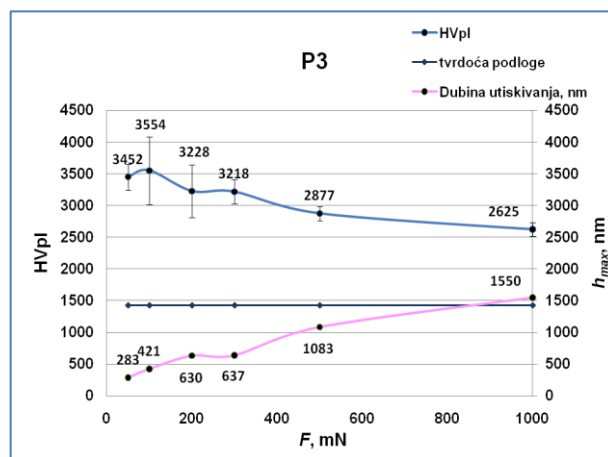
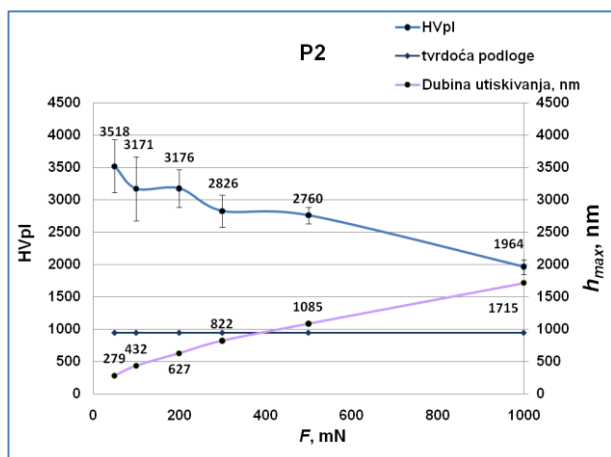
U tablici 6.21 prikazani su rezultati ispitivanja za sve uzorke pri opterećenju 50 mN. Pri ispitivanju tvrdoće mjerene su slijedeće veličine:

- $HM$ ,  $N/mm^2$  – Martensova tvrdoća, definirana je kao omjer trenutne sile  $F$  i površine (ne projekcije površine) indentora  $A_S$  u uzorku na dubini  $h$ , uzima se samo vrijednost pri maksimalnoj sili i predstavlja otpor materijala na plastičnu i elastičnu deformaciju
- $HU_{pl}$ ,  $N/mm^2$  – utisna tvrdoća, definirana je kao omjer maksimalne sile  $F_{max}$  i projekcije površine kontakta  $A_p$  između indentora i uzorka i predstavlja otpor materijala na plastičnu deformaciju.
- $HV_{pl}$  – tvrdoća prema Vickersu obzirom na plastičnu deformaciju
- $HV$  – tvrdoća prema Vickersu
- $E_{IT}/(1-\nu_s^2)$ , GPa – utisni modul elastičnosti,  $\nu_s$  – Poissonov broj, za tvrde prevlake iznosi 0,2 – 0,3
- $n_{IT}$ , % - omjer energije elastične deformacije i energije cjelokupne deformacije
- $h_{max}$ ,  $\mu m$  – maksimalna dubina utiskivanja

Tablica 6.21: Izmjerene prosječne vrijednosti tvrdoće i utisnog modula elastičnosti TiAlN prevlake s opterećenjem 50 mN

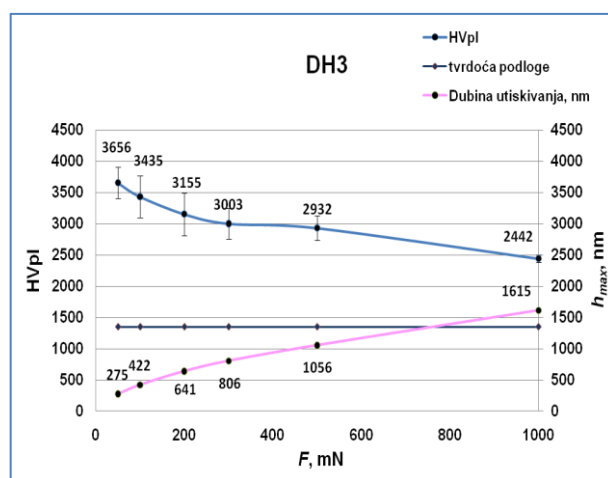
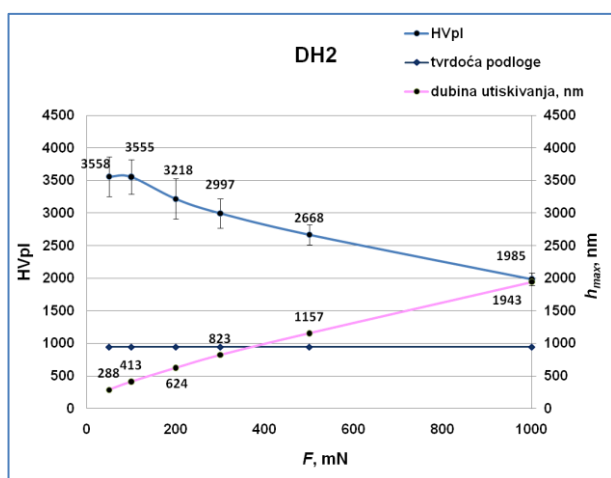
uzorak	$HM$ , $N/mm^2$	$HU_{pl}$ , $N/mm^2$	$HV_{pl}$	$HV$	$E_{IT}/(1-\nu_s^2)$ GPa	$n_{IT}$ %	$h_{max}$ $\mu m$
<b>P2</b>	15991	42407	3518	<b>3227</b>	362	66	0,279
<b>P3</b>	15972	41635	3452	<b>3188</b>	365	66	0,283
<b>DH2</b>	15223	42865	3557	<b>3193</b>	329	69	0,288
<b>DH3</b>	16816	44022	3656	<b>3365</b>	391	67	0,275

Na slici 6.70 prikazani su rezultati ispitivanja tvrdoće i dubine utiskivanja uz primjenu različitih opterećenja. Na dijagramima je naznačena i tvrdoća podloge na koju je nanesena TiAlN prevlaka pa je vidljiv utjecaj tvrdoće osnovnog materijala na tvrdoću prevlake i dubinu utiskivanja s porastom primijenjenog opterećenja.



a)

b)



c)

d)

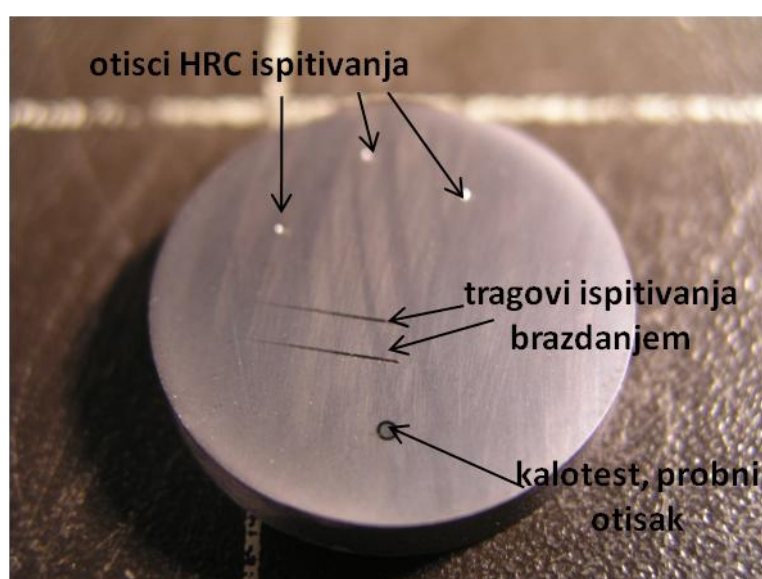
Slika 6.70: Vrijednosti mikrotvrdoće i dubine utiskivanja: a) P2, b) P3, c) DH2, d) DH3

Tablica 6.22: Prosječne vrijednosti tvrdoće i maksimalne dubine utiskivanja pri različitim opterećenjima

oznaka uzorka	P2		P3		DH2		DH3	
Opterećenje $F$ , mN	HV <sub>pl</sub>	$h_{max}$ , $\mu\text{m}$	HV <sub>pl</sub>	$h_{max}$ , $\mu\text{m}$	HV <sub>pl</sub>	$h_{max}$ , $\mu\text{m}$	HV <sub>pl</sub>	$h_{max}$ , $\mu\text{m}$
50	3518	0,279	3452	0,283	3193	0,288	3656	0,275
100	3171	0,432	3554	0,421	3555	0,413	3435	0,422
200	3176	0,627	3228	0,630	3218	0,624	3155	0,641
300	2826	0,822	3218	0,637	2997	0,823	3003	0,806
500	2269	1,085	2877	1,083	2668	1,157	2932	1,056
1000	1964	1,715	2625	1,550	1985	1,943	2442	1,615

#### 6.6.4 Ispitivanje prionjivosti (adhezivnosti) prevlake

Prionjivost TiAlN prevlake u ovom radu ispitivana je metodom brazdanja (eng. scratch test, Revetest), prema ENV 1071-3, 2000., Rockwell-ovom metodom utiskivanja indentora, prema CEN/TS 1071-8, 2004, kvalitativno metodom utiskivanja kuglice, kalotestom (poglavlje 6.6.2), te je metodom „ball-on-flat“ ispitana sila probijanja prevlake. Ispitivanja su napravljena radi procjene utječe li različita toplinska obrada podloge na prionjivost prevlake. Na slici 6.71 prikazan je jedan od korištenih uzoraka za laboratorijska ispitivanja s tragovima trošenja.

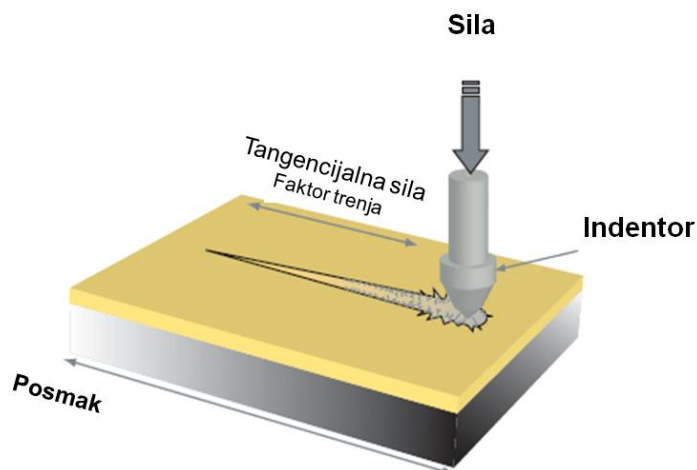


Slika 6.71: Uzorak za laboratorijska ispitivanja s tragovima trošenja nakon ispitivanja adhezivnosti prevlake

##### 6.6.4.1 „Scratch test“ – ispitivanje brazdanjem

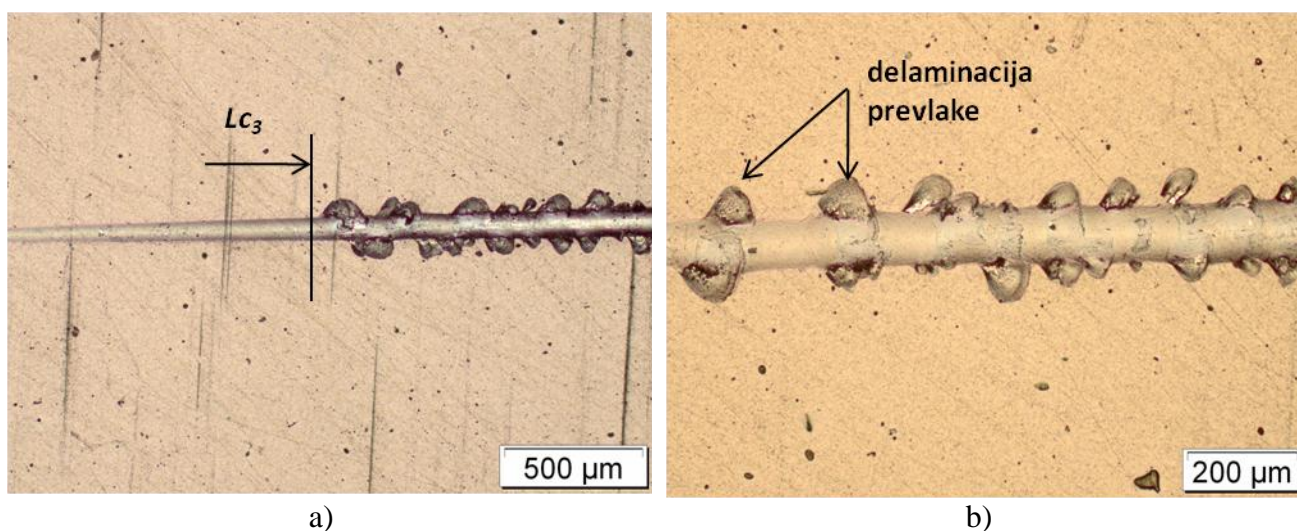
Ispitivanje brazdanjem provedeno je u Institutu „Jožef Stefan“, Center za trde prevlake u Ljubljani na uređaju CSM Revetest, Scratch tester. Sheatski prikaz ispitivanja brazdanja prikazan je na slici 6.72. Osnovne značajke uređaja su :

- maksimalno opterećenje 200 N
- duljina ispitivanja 10 mm
- prirast opterećenja 20 N/mm



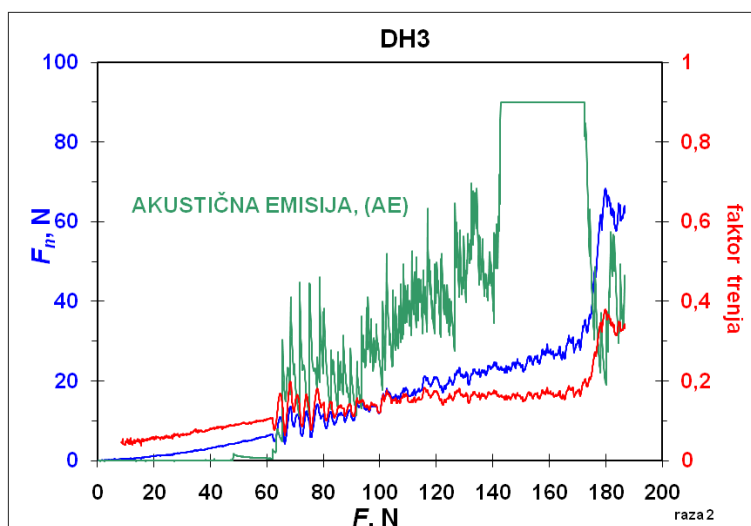
Slika 6.72: Shematski prikaz ispitivanja prionjivosti prevlake brazdanjem

Ispitivanje je provedeno na po tri uzorka od svakog stanja, na svakom uzorku su provedena dva ispitivanja tj. napravljene su dvije brazde. Na slici 6.73 prikazani su tragovi trošenja, a na slici 6.73a vidljiv je početak delaminacije prevlake koji je označen početkom akustične emisije, a pripadna sila označava se sa  $Lc_3$  ili  $L(AE)$ . Sila potpunog probijanja prevlake označava se s  $Lc_5$ . Uređaj na sebi ima senzor kojim prati akustičnu emisiju, silu trenja i silu brazdanja te ih prikazuje u obliku kvantitativnog dijagrama iz kojeg je moguće očitati sile  $L(AE)$  i  $Lc_5$ . Primjer snimljenog dijagrama prikazan je na slici 6.74.



Slika 6.73: Trag trošenja pri ispitivanju brazdanjem

- a) početak delaminacije i kritična sila  $Lc_3$
- b) delaminacija prevlake i poprečne pukotine



Slika 6.74: Snimljeni dijagram pri ispitivanju prionjivosti prevlake brazdanjem na uzorku DH3

U tablicama 6.23 i 6.24 prikazane su izmjerene kritične sile, a rezultati su prikazani na slikama 6.75 i 6.76.

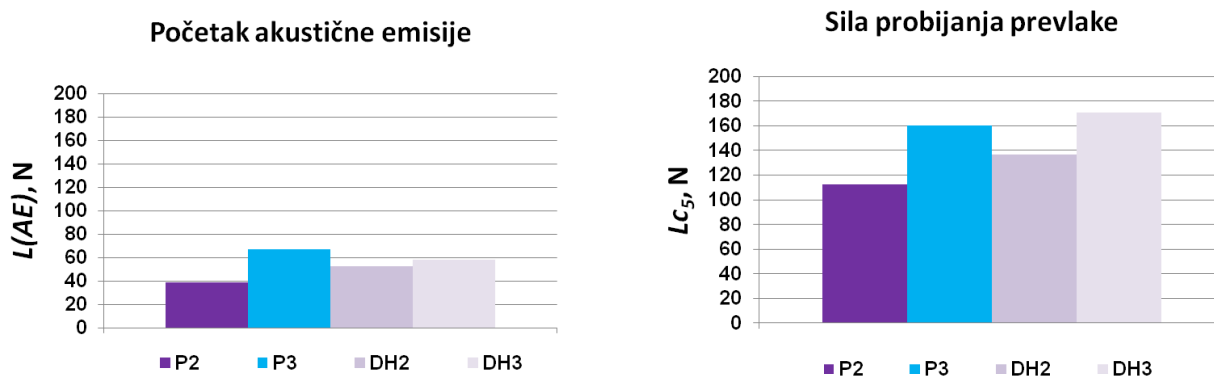
Tablica 6.23: Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima stanja P2 i DH2

broj uzorka	P2			DH2		
	$L_{c1}, N$	$L(AE), N$	$L_{c5}, N$	$L_{c1}, N$	$L(AE), N$	$L_{c5}, N$
1. uzorak	26	38	116	25	41	130
	28	39	110	21	38	130
2. uzorak	25	38	116	24	33	122
	25	39	108	21	36	125
3. uzorak	34	38	109	25	56	144
	30	39	116	30	50	139
$\bar{X}$	28	38	112	24	42	132

Tablica 6.24: Kritične sile dobivene ispitivanjem brazdanjem na uzorcima stanja P3 i DH3

broj uzorka	P3			DH3		
	$L_{c1}, N$	$L(AE), N$	$L_{c5}, N$	$L_{c1}, N$	$L(AE), N$	$L_{c5}, N$
1. uzorak	42	64	155	48	61	165
	50	60	165	51	60	174
2. uzorak	41	50	164	53	62	174
	31	46	166	52	59	176
3. uzorak	55	69	147	50	51	168
	46	69	175	47	57	169
$\bar{X}$	44	60	162	50	58	171

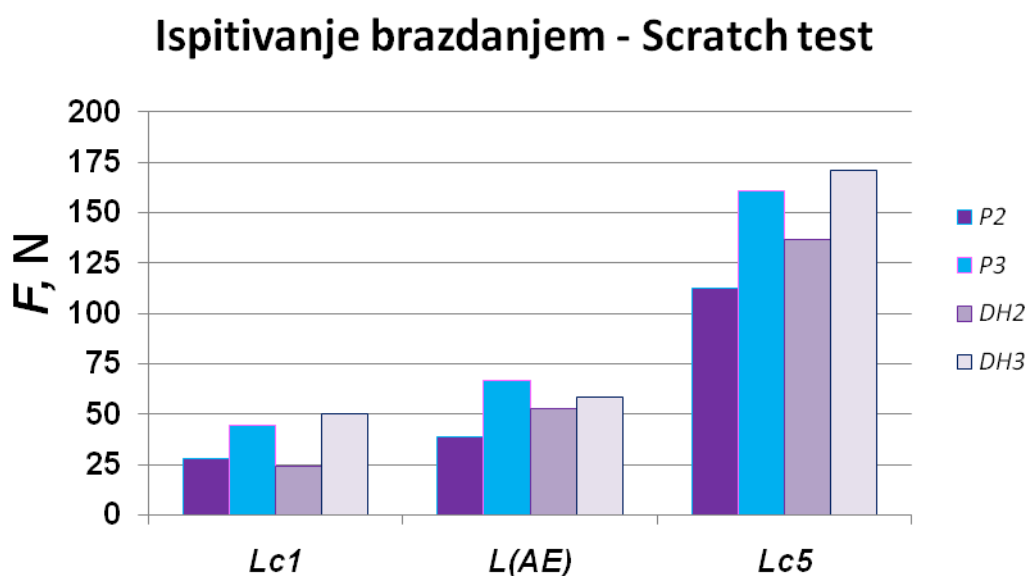




a)

b)

Slika 6.75: Kritične sile pri ispitivanju brazdanjem

a) sila  $L(AE)$ , početak akustične emisijeb) sila probijanja prevlake  $L_{C5}$ 

Slika 6.76: Kritične sile pri ispitivanju prionjivosti TiAlN prevlake na brzoreznom čeliku PM S390 MC brazdanjem

#### 6.6.4.2 Rockwell-ova metoda utiskivanja indentora

Rockwell-ova metoda ispitivanja tvrdoće koristi se i za grubo mjerenje adhezivnosti tankih tvrdih prevlaka. Pri utiskivanju indentora velika vlačna naprezanja na rubu otiska kod slabe adhezije uzrokuju pucanje i ljuštenje prevlake. Prionjivost prevlake određuje se prema količini pogrešaka

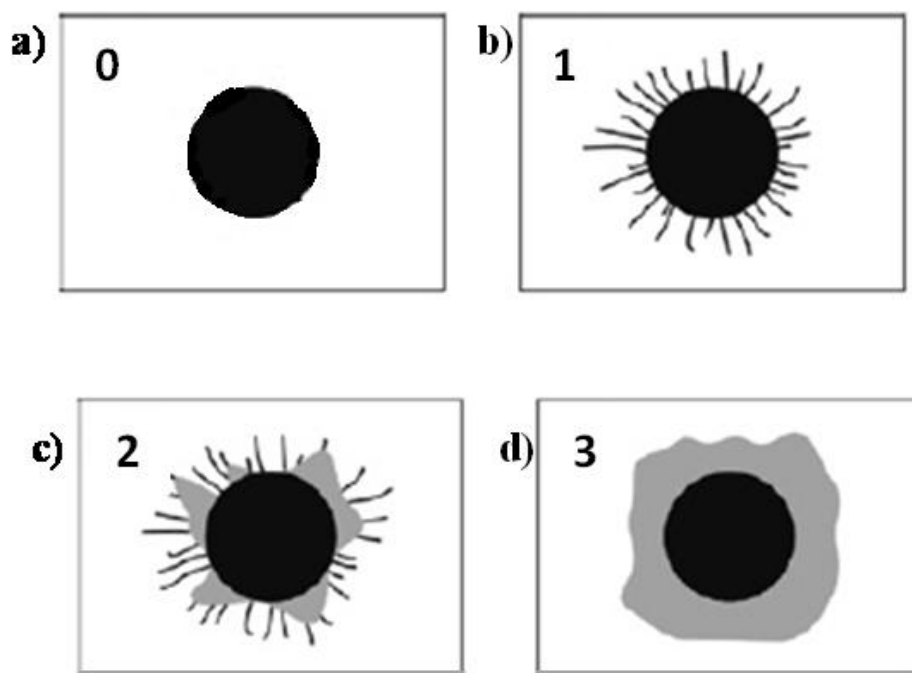
koje su se pojavile na otisku. Ova metoda je poznata i pod imenom „Mercedesovo ispitivanje“ obzirom da je prvi puta upotrijebljena u tvrtki Mercedes.

Prema normi CEN/TS 1071-8,2004. za metalne podloge tvrdoće veće od 54 HRC koristi se opterećenje 1471 N (150 kg, tj. Rockwell C). Prionjivost prevlake podijeljena je u četiri razreda, slika 6.77.

Razredi za procjenu adhezivnosti su:

- **razred 0:** bez pogrešaka (slika 6.77, a)
- **razred 1:** pukotine, bez delaminacije (ljuštenja), (slika 6.77, b)
- **razred 2:** pukotine uz djelomično ljuštenje, (slika 6.77, c)
- **razred 3:** potpuna delaminacija, (slika 6.77, d)

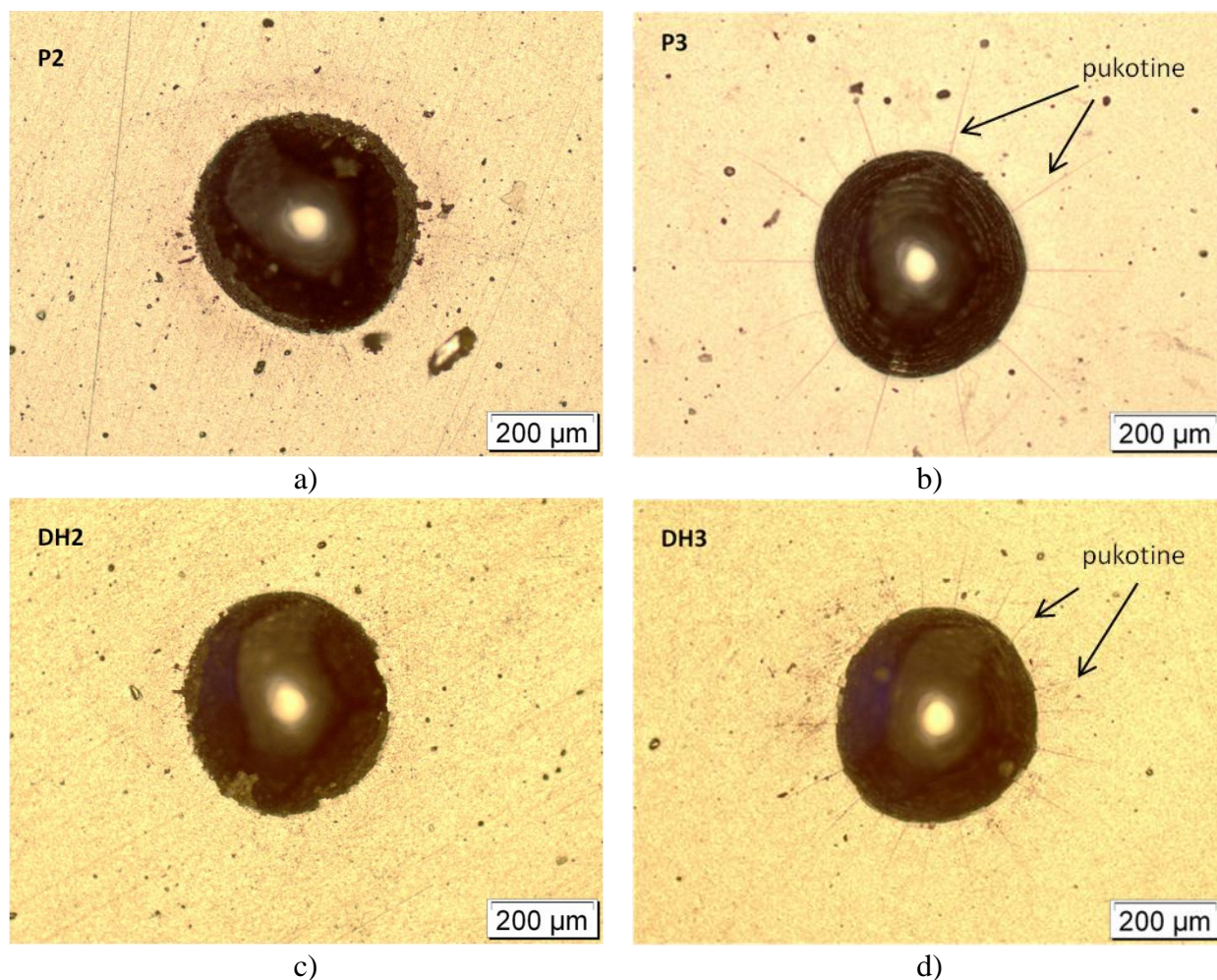
Izgled otiska prva dva razreda ukazuju na dobru adhezivnost prevlake.



Slika 6.77: Četiri razreda prionjivosti prevlake izmjerene HRC metodom: a) razred 0, b) razred 1, c) razred 2, d) razred 3

Adhezivnost prevlake ispitivana je na tri uzorka od svakog stanja. Ispitivanje je provedeno na HRC uređaju u Laboratoriju za toplinsku obradu, FSB Zagreb. Otisci su promatrani na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX51F - 5 u Laboratoriju za materijalografiju, FSB Zagreb.

Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 6.78. Rezultati su bili jednaki na svim uzorcima pojedinog stanja.



Slika 6.78: Rezultati ispitivanja prionjivosti prevlake Rockwellovom metodom:  
a) uzorak P2, b) uzorak P3, c) uzorak DH2, d) uzorak DH3

#### 6.6.4.3 Ispitivanje sile probijanja prevlake metodom „kuglica na ploči“

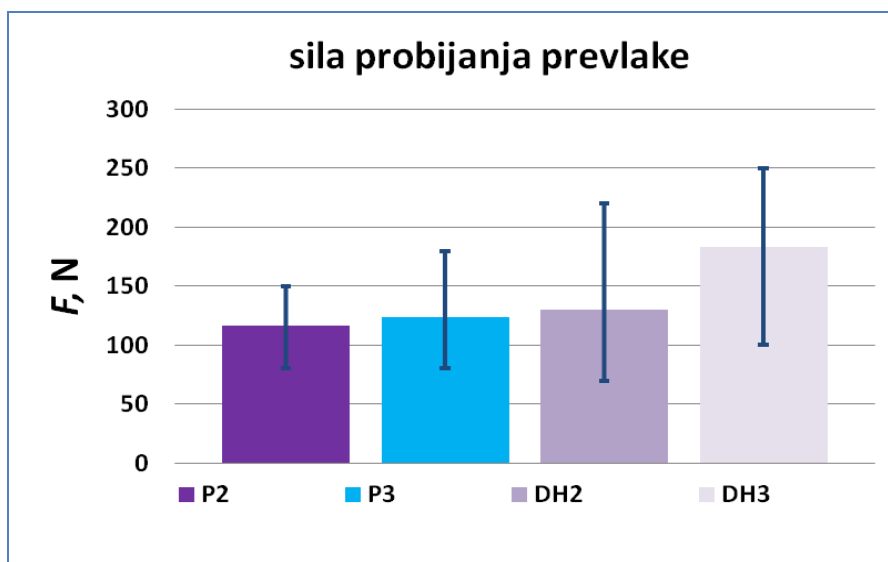
Metodom „kuglica na ploči“ (eng. „ball-on-flat“), opisanom u poglavlju 6.5.5, na uzorcima s prevlakom ispitivana je sila kod koje je došlo do probijanja prevlake [64]. Kod ovog ispitivanja uzorci se opterećuju određeni broj ciklusa nakon čega se povećava sila. Započinje se s najmanjom silom, 10 N. Kako bi se utvrdilo kada će doći do probijanja prevlake pri ispitivanju se prati promjena faktora trenja, a nakon svakog ciklusa još se i vizualno provjerava da li je došlo do probijanja prevlake. Ispitivanje je provedeno u CTD u Ljubljani na uređaju CAMERON-PLINT TE77, na po tri uzorka od svakog stanja s prevlakama.

Parametri ispitivanja bili su:

- kuglica  $\Phi$  10 mm,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 1200 HV
- frekvencija,  $f = 5$  Hz

- amplituda ispitivanja,  $s = 2,4 \text{ mm}$
- broj ciklusa,  $N = 300$  ( $t = 1 \text{ min}$ )
- prirast sile,  $\Delta F = 10 \text{ N}$

Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 6.79 i u tablici 6.25.



Slika 6.79: Sila probijanja prevlake ispitana metodom „kuglica na ploči“

Tablica 6.25: Rezultati ispitivanja sile probijanja prevlake metodom „kuglica na ploči“

broj ispitivanja	sila probijanja prevlake $F$ , N			
	P2	P3	DH2	DH3
1 ispitivanje	120	80	100	250
2 ispitivanje	80	110	70	200
3 ispitivanje	150	180	220	100
$\bar{x}$	117	123	130	183

Rezultati ovog ispitivanja korišteni su za odabir sile kojom će se opteretiti uzorci za ispitivanje otpornosti na trošenje metodom „kuglica na ploči“. Naime, potrebno je odabrati silu koju će izdržati sva stanja kada se poveća broj ciklusa ispitivanja. Prva odabrana sila bila je 70 N i broj ciklusa  $N = 9000$  ( $t = 30 \text{ min}$ ), ali je najslabije stanje, P2, izdržalo 15 min. Nakon toga sila je smanjena na 50 N, ali je također do probijanja prevlake došlo nakon 23 min. Nakon ovih proba odabrana sila za ispitivanje otpornosti na trošenje metodom ball-on-flat je 40 N, a broj ciklusa je smanjen na  $N = 4500$  ( $t = 15 \text{ min}$ ).

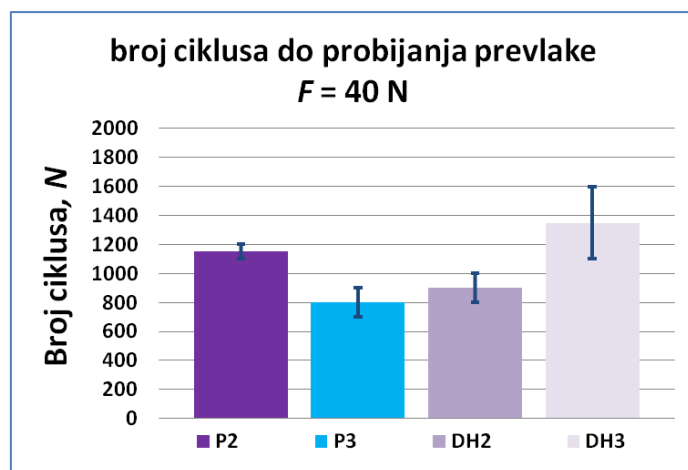
### 6.6.5 Ispitivanje otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“

Postupak ispitivanja „kuglica na ploči“ (eng. „ball-on-flat“) opisan je u poglavlju 6.5.5. Ovim ispitivanjem na uzorcima s prevlakom promatrano je da li različita podloga utječe na otpornost na trošenje prevlake. Ispitivanje je provedeno na tri uzorka od svakog stanja s prevlakama P2, P3, DH2 i DH3. Sila kojom su uzorci opterećeni te broj ciklusa odabran je pomoću ispitivanja opisanog u prošlom poglavlju. Ispitivanje je provedeno u CTD - na uređaju CAMERON-PLINT TE77, prema ASTM G 133 standardu.

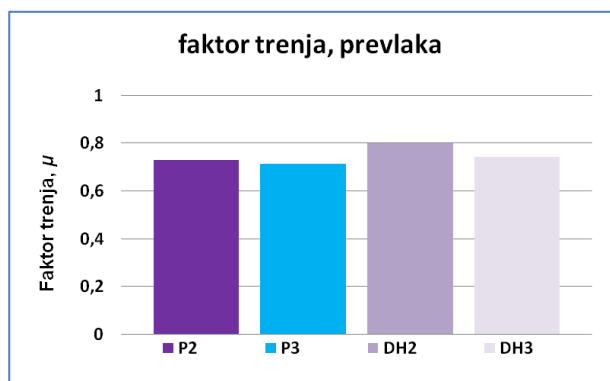
Parametri ispitivanja bili su:

- sila,  $F_N = 40$  N
- pritisak u točki ispitivanja,  $p_H = 1300$  MPa
- protutijelo: kuglica  $\Phi$  10 mm,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 1200 HV
- amplituda,  $a = 2,4$  mm
- frekvencija,  $f = 5$  Hz
- brzina klizanja,  $v_s = 0,024$  m/s
- trajanje ispitivanja,  $t = 15$  min
- prijeđeni put,  $s = 22$  m
- broj ciklusa,  $N = 4500$
- suho ispitivanje, bez abraziva
- vrsta kontakta: točka

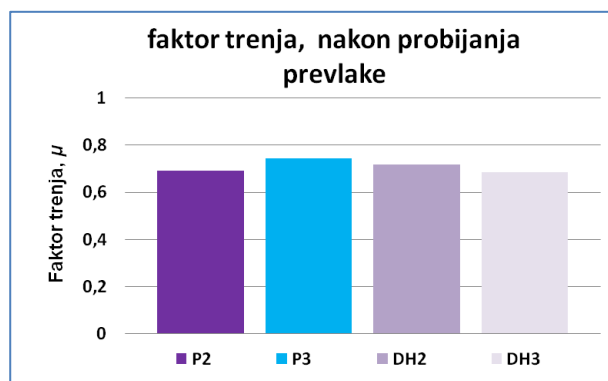
Tijekom ispitivanja došlo je do probijanja prevlaka pa je u rezultatima ispitivanja prikazan i broj ciklusa do probijanja prevlake, slika 6.80, te faktor trenja prije i nakon probijanja prevlake, slika 6.81. Volumen traga trošenja i faktor trošenja određeni su nakon završetka ispitivanja mjerenjem tragova trošenja pomoću profilometra i svjetlosnog mikroskopa.



Slika 6.80: Broj ciklusa do probijanja prevlake pri ispitivanju otpornosti na trošenje metodom „kuglica na ploči“



a)



b)

Slika 6.81: prosječni faktor trenja pri ispitivanju otpornosti na trošenje metodom „kuglica na ploči“: a) prevlake, b) nakon probijanja prevlake

Na slici 6.82 prikazani su rezultati određivanja faktora trošenja i volumena trošenja, a brojčani rezultati prikazani su u tablicama 6.26 i 6.27.

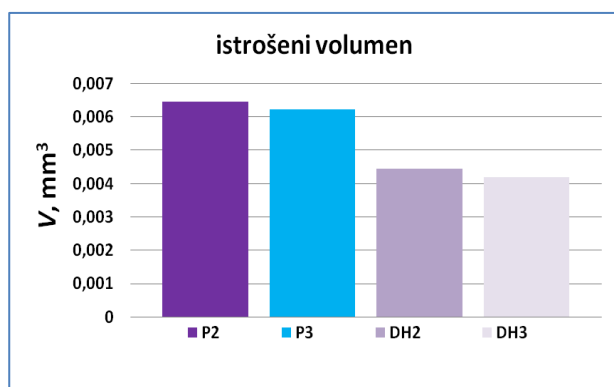
Tablica 6.26: Istrošeni volumen uzoraka s prevlakom nakon ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“

Oznaka stanja	Volumen trošenja $V$ , mm <sup>3</sup>			
	1. pločica	2. pločica	3. pločica	$\bar{X}$
P2	0,00718	0,00756	0,00466	<b>0,00647</b>
P3	0,00547	0,00694	0,00627	<b>0,00623</b>
DH2	0,00462	0,00413	0,00458	<b>0,00445</b>
DH3	0,00540	0,00294	0,00421	<b>0,00418</b>

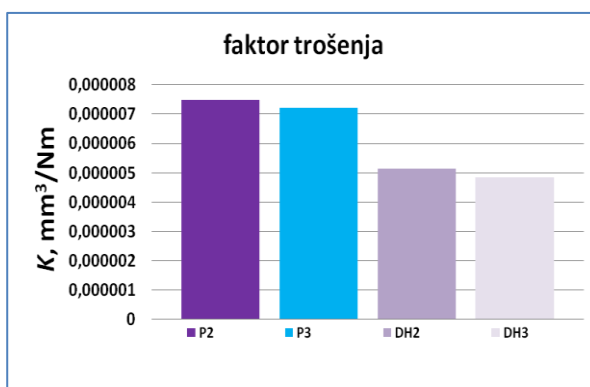


Tablica 6.27: Faktor trošenja određen ispitivanjem metodom „kuglica na ploči“ na uzorcima s prevlakom

Oznaka stanja	Faktor trošenja $K$ , mm <sup>3</sup> /Nm			
	1. pločica	2. pločica	3. pločica	$\bar{X}$
P2	$8,31 \times 10^{-6}$	$8,75 \times 10^{-6}$	$5,39 \times 10^{-6}$	$7,48 \times 10^{-6}$
P3	$6,33 \times 10^{-6}$	$8,03 \times 10^{-6}$	$7,26 \times 10^{-6}$	$7,21 \times 10^{-6}$
DH2	$5,35 \times 10^{-6}$	$4,79 \times 10^{-6}$	$5,30 \times 10^{-6}$	$5,15 \times 10^{-6}$
DH3	$6,25 \times 10^{-6}$	$3,40 \times 10^{-6}$	$4,87 \times 10^{-6}$	$4,84 \times 10^{-6}$



a)



b)

Slika 6.82: Rezultati ispitivanja trošenja metodom „kuglica na ploči“ na uzorcima s prevlakama:

- a) Istrošeni volumen
- b) Faktor trošenja

### 6.6.6 Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje

Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje provedeno je metodom utiskivanja kuglice, tzv. kalotestom opisanom u poglavlju 6.6.2. Ispitivanje je provedeno na uređaju vlastite izrade prema CSEM preporukama, koji se koristi za određivanje debljine prevlake te je prilagođeno ispitivanju mikroabrazijskog trošenja. Kuglica je utiskivana dva puta na tri uzorka od svakog stanja u trajanju od 5 min. Nakon ispitivanja na svjetlosnom mikroskopu slikani su otisci te su pomoću programa za određivanje debljine prevlake preko unutarnjeg i vanjskog promjera određeni volumeni kratera. Na profilometru Taylor – Hobson Form Talysurf Serise 2, horizontalne rezolucije 0,3 μm i vertikalne rezolucije 1 nm, napravljena je trodimenzionalna analiza traga trošenja.

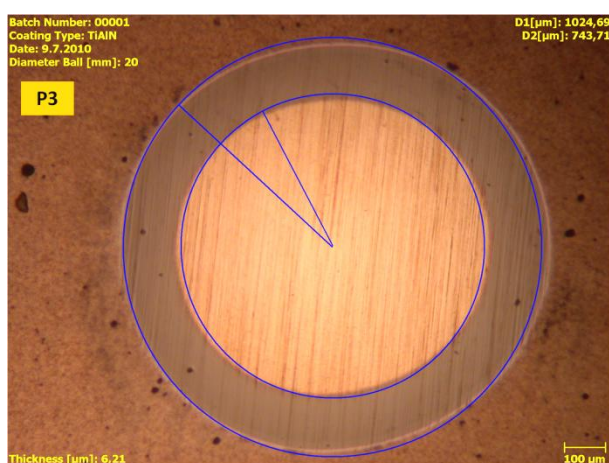
Parametri ispitivanja bili su:

- kuglica, čelik 100Cr6,  $\Phi$  20 mm, površina fino polirana
- abraziv: dijamantna suspenzija granulacije 3  $\mu\text{m}$
- količina abraziva: 12 kapljica u minuti
- trajanje ispitivanja: 5 min

Na slici 6.83 prikazani su tragovi trošenja na ispitnim uzorcima. Rezultati dobiveni analizom tragova trošenja prikazani su u tablici 6.28 i na slici 6.84.



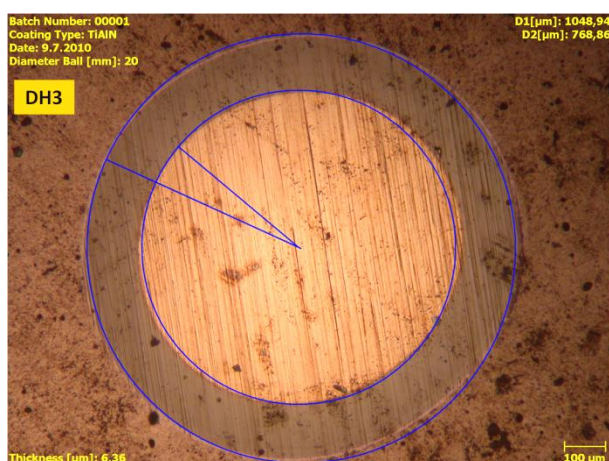
a)



b)



c)

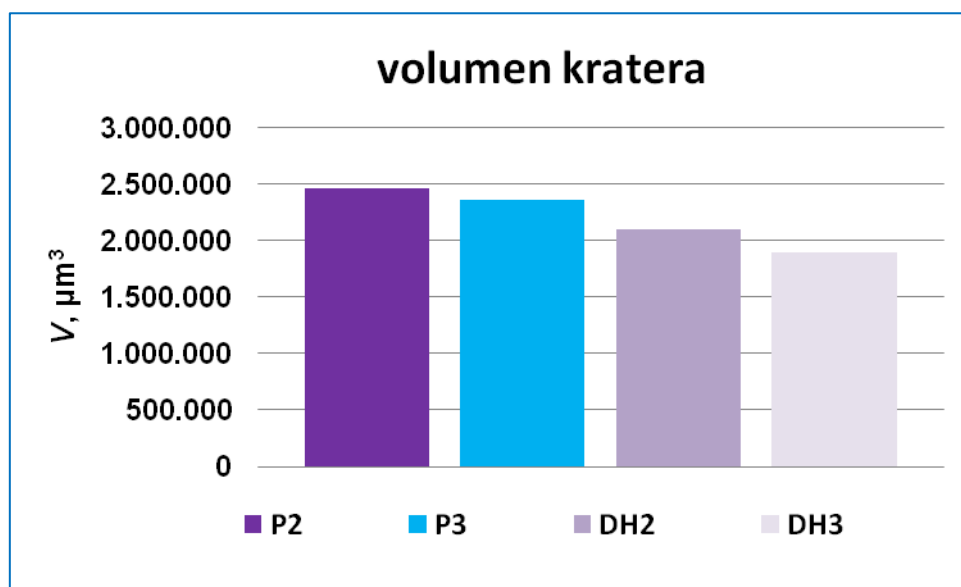


d)

Slika 6.83: Tragovi trošenja nakon mikroabrazijskog ispitivanja kalotestom: a) P2, b) P3, c) DH2, d) DH3

Tablica 6.28: Volumen trošenja nakon ispitivanja mikroabrazijskog trošenja

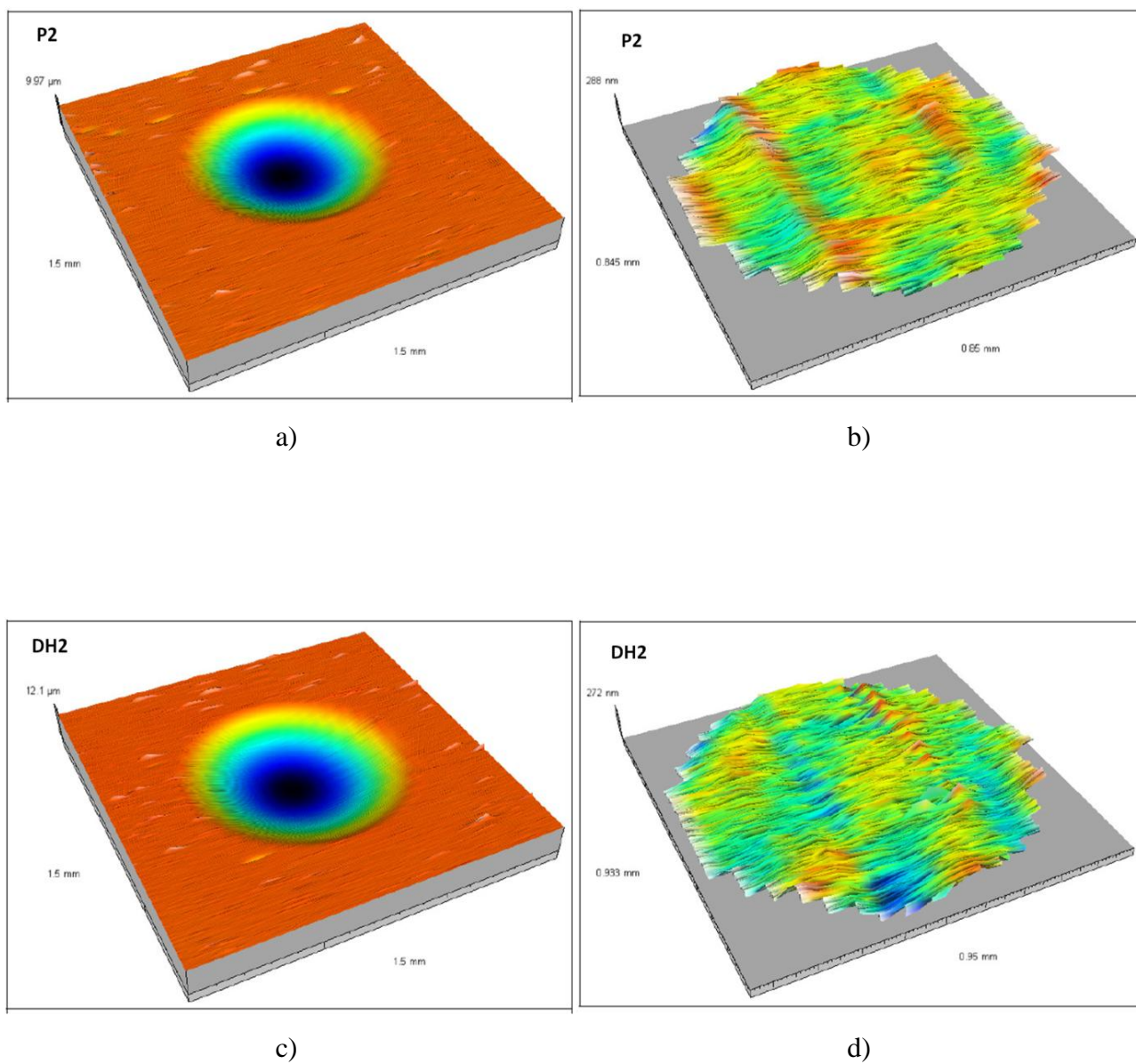
PODRUČJE ISPITIVANJA	P2	P3	DH2	DH3
	Volumen, $\mu\text{m}^3$			
Dio kratera prevlaka	2.098.917	1.896.246	1.926.897	1.764.624
Dio kratera podloga	360.655	469.610	168.365	130.532
Cijeli krater	2.459.572	2.365.855	2.096.262	1.895.156



Slika 6.84: Volumen kratera nakon ispitivanja mikroabrazijskog trošenja

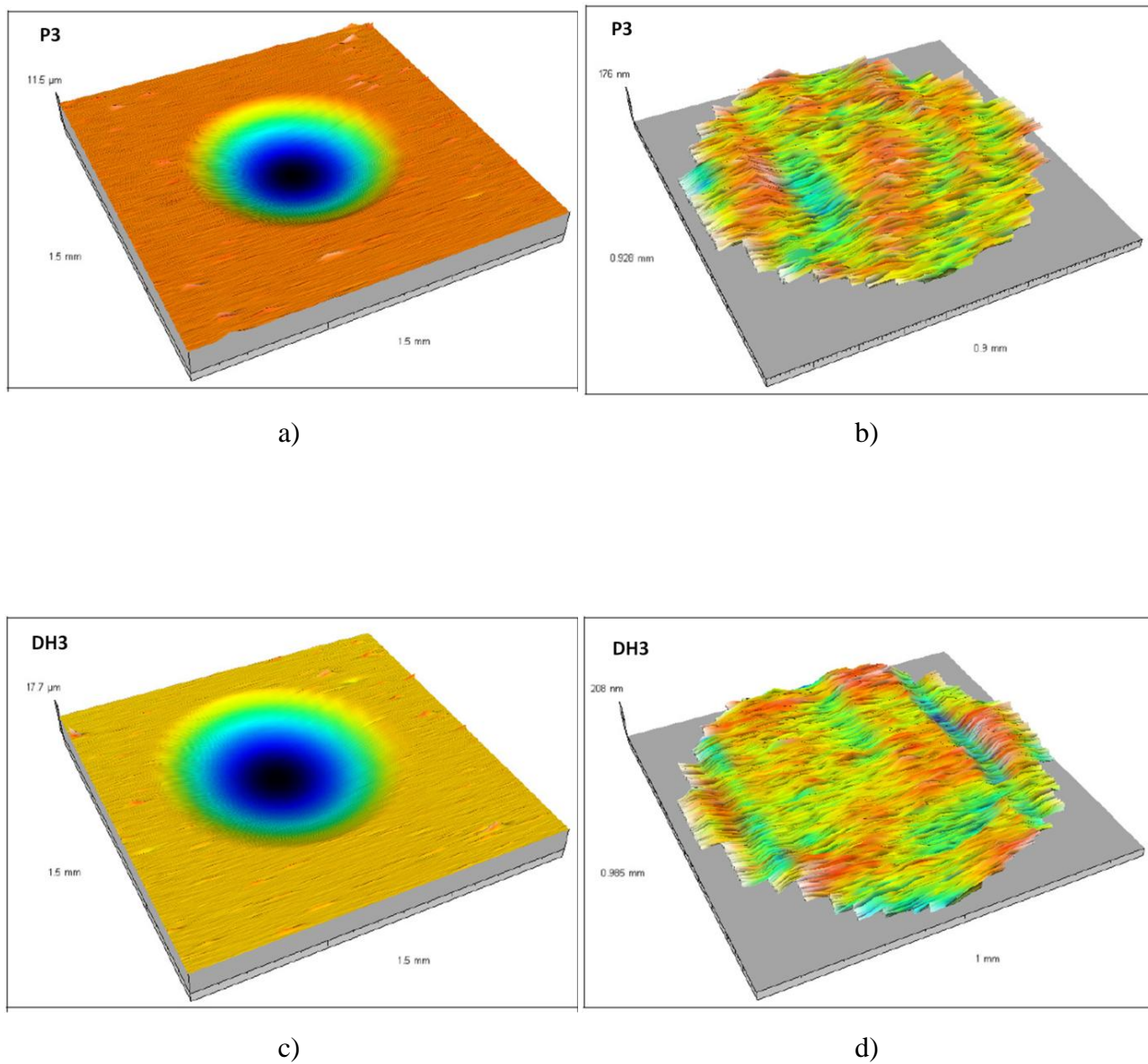
Nakon analize tragova trošenja napravljena je i profilometrija otisaka. Na slici 6.85 i 6.86 prikazani su trodimenzionalni profili tragova trošenja te njihova topografija. Parametri profilometrijskog ispitivanja bili su:

- os X: - duljina: 2,1 mm, veličina: 1001 točka, razmak: 2,1  $\mu\text{m}$
- os Y: - duljina: 2 mm, veličina: 41 linija, razmak: 50  $\mu\text{m}$
- os Z: - duljina: 19,5  $\mu\text{m}$ , veličina: 1217 znakova, razmak: 16 nm



Slika 6.85: Trodimenzionalni prikaz traga trošenja i topografija nakon mikroabrazijskog ispitivanja kalotestom a) i b) uzorak P2, c) i d) uzorak DH2



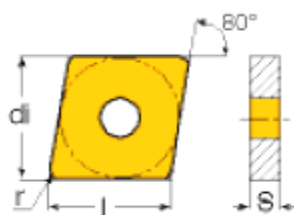


Slika 6.86: Trodimenzionalni prikaz traga trošenja i topografija nakon mikroabrazijjskog ispitivanja kalotestom a) i b) uzorak P3 c) i d) uzorak DH3

## 6.7 ISPITIVANJE TROŠENJA JEDNOREZNYM ALATOM (MACHINABILITY TEST)

Kako bi se vidjelo na koji način se promatrani sustav osnovni materijal / prevlaka ponaša u približno realnim radnim uvjetima u kojima se istovremeno pojavljuje više različitih mehanizama trošenja napravljeno je ispitivanje trošenja jednoreznim alatom ili test tokarenja (eng. single point cutting tool machinability test, turnig test) prema ISO 3685:1993 – „Tool life testing with single point turning tools“. Ispitivanje trošenja provedeno je u Laboratoriju za alatne strojeve na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

U tu svrhu, zajedno s uzorcima za laboratorijska ispitivanja, izrađeno je i 40 pločica za tokarenje. Rezne pločice toplinski su obrađene zajedno s ispitnim uzorcima (opisano u poglavlju 6.1) kako bi mikrostruktura pločica i ispitnih uzoraka bila jednaka. Za osam različitih stanja (tablica 6.2, str. 40) izrađeno je po pet pločica za svako stanje toplinske obrade, ukupno 40 pločica. Pločice su izrađene prema ISO standardu, oznake CNMA 120408, slika 6.87, s dimenzijama prikazanim u tablici 6.29.



Slika 6.87: Pločica CNMA 120408 [66]

Tablica 6.29: Dimenzije reznih pločica [66]

Oznaka	$l$ , mm	$d_i$ , mm	$S$ , mm	$r$ , mm
<b>CNMA 120408</b>	<b>12,90</b>	<b>12,700</b>	<b>4,76</b>	<b>0,80</b>

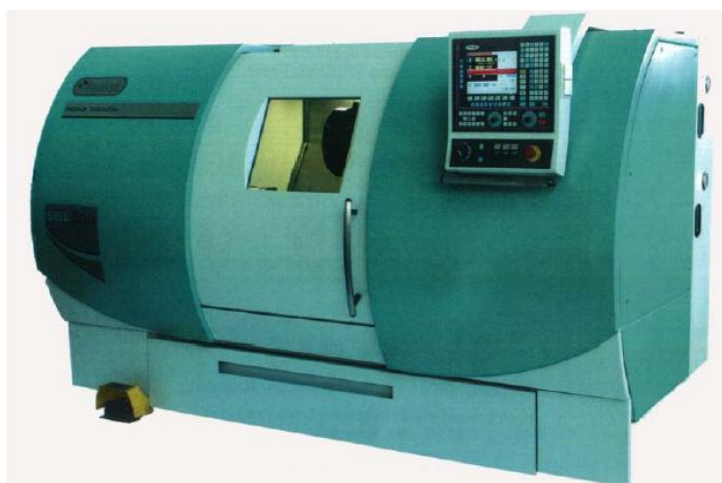
Svaka pločica ima četiri rezne oštrice, ali su u ovom ispitivanju na svakoj pločici korištene dvije oštrice, na svakoj strani jedna. Jedna oštrica korištena je za kontinuiranu obradu u trajanju od 15 min, a druga za snimanje krivulje trošenja svake 2 min.

Ispitivanje je provedeno na tokarskom obradnom centru SBL 500 proizvođača Trens Trenčin, slika 6.88.



Karakteristike obradnog centra su:

- dimenzije tokarenja:
  - maksimalni promjer tokarenja – 405 mm
  - maksimalna duljina tokarenja – 845 mm
- posmične osi:
  - X os – brzina -  $1 \div 10$  m/min
  - Z os – brzina -  $1 \div 10$  m/min
  - C os - za indeksiranje glavnog vretena
- maksimalna učestalost vrtnje glavnog vretena: 4200 min<sup>-1</sup>
- snaga glavnog vretena: 18,5 kW
- max. učestalost vrtnje pogonjenih alata: 3500 min<sup>-1</sup>
- snaga pogonjenih alata: 3 kW
- broj alata u revolverskoj glavi: 12 alata (6 pogonjenih i 6 mirujućih)



Slika 6.88: Tokarski obradni centar SBL 500

Za materijal obratka odabran je čelik tvrtke Boehler oznake K 100, DIN X210Cr12, AISI D3. Čelik je isporučen u obliku trupca dimenzija  $\Phi 200 \times 500$  mm, u žarenom stanju, tvrdoće do 250 HB. Kemijski sastav čelika prikazan je u tablici 6.30.

Tablica 6.30: Kemijski sastav čelika obratka X210Cr12 (K 100) [18]

Oznaka čelika	Kemijski sastav				
	% C	% Si	% Mn	% Cr	% Fe
X210Cr12	2,00	0,25	0,35	11,50	ostalo

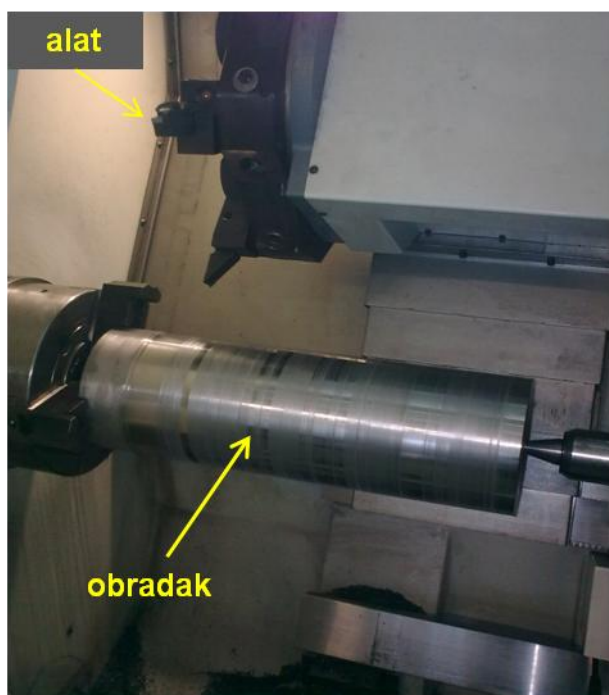
Materijal obratka je visokokvalitetni ledeburitni alatni čelik za hladni rad. Upotrebljava se za visokoučinske rezne alate (matrice i žigove), alate za štancanje, obradu drva, valjanje navoja, duboko vučenje itd.

Parametri obrade odabrani su prema preporuci proizvođača Böhler za obradu odvajanjem čestica čelika X210Cr12 (K 100) tokarenjem alatima od brzoreznog čelika. Odabrani parametri obrade prikazani su u tablici 6.31.

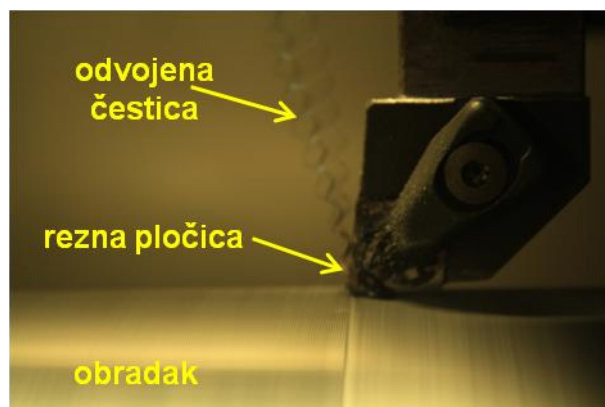
Tablica 6.31: Parametri obrade pri ispitivanju trošenja rezanjem jednom oštricom

Parametri obrade čelika X210Cr12	Brzina rezanja, $v_c$ , m/min	Dubina rezanja $d_p$ , mm	Posmak $f$ , mm
	30	0,5	0,1

Na slici 6.89 prikazan je obradak stegnut u tokarski stroj.



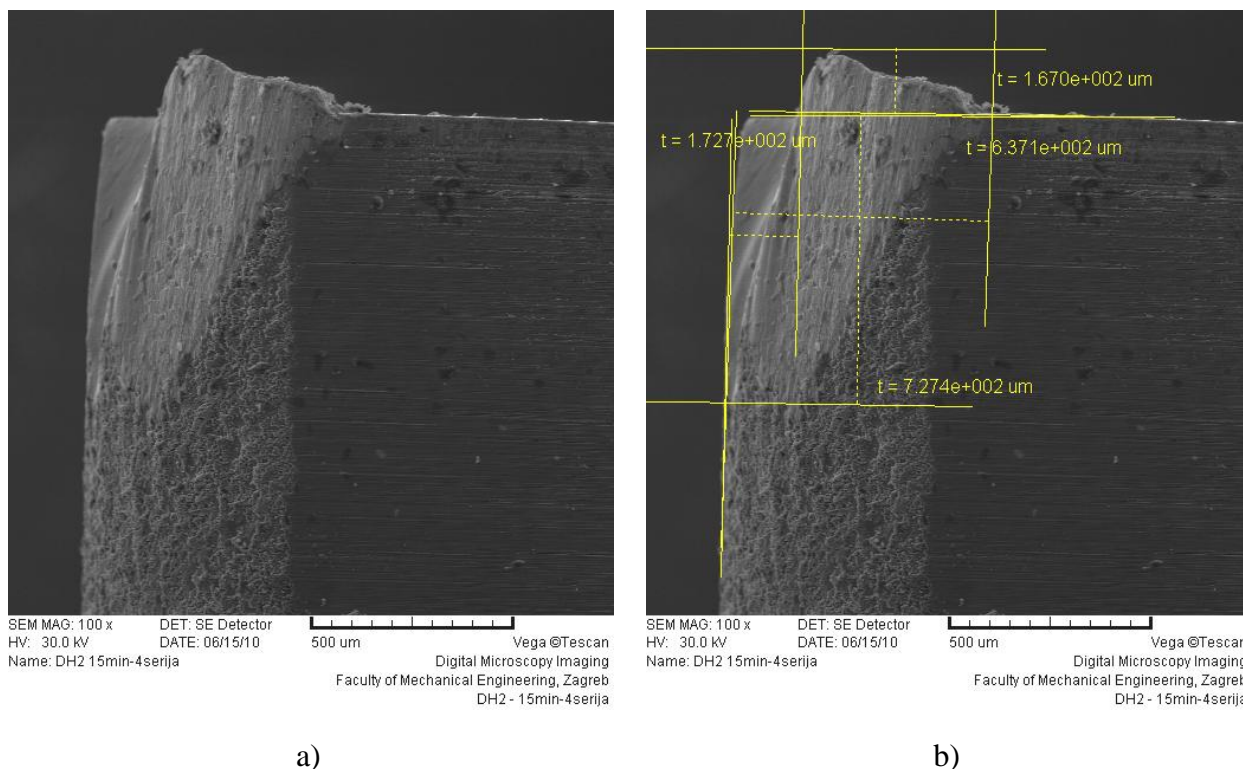
a)



b)

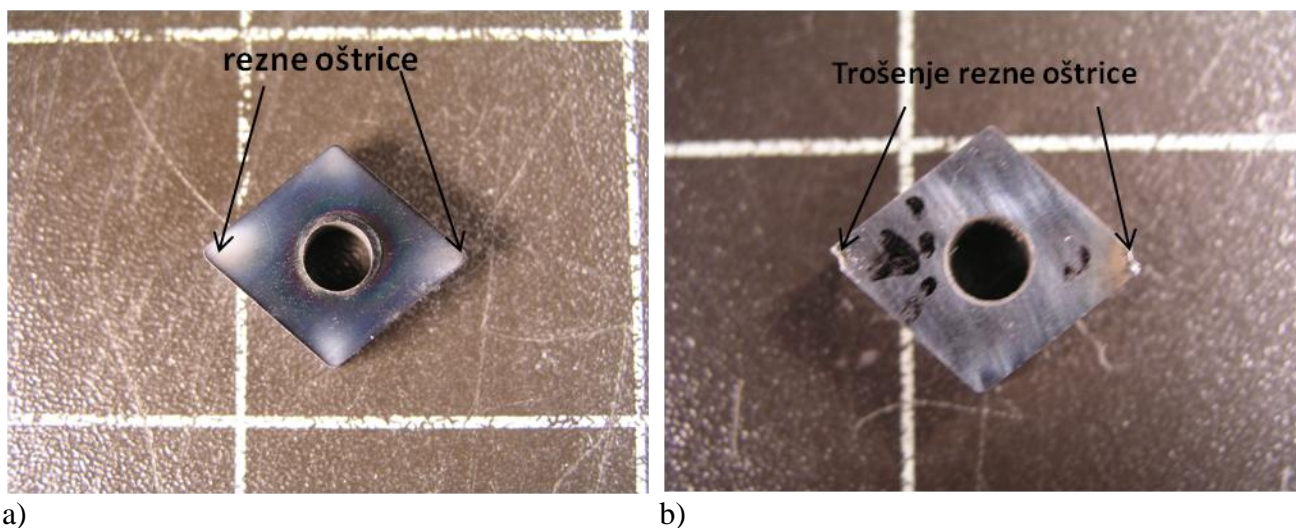
Slika 6.89: a) Obradak i alat u tokarskom stroju  
b) Detalj zahvata

U ispitivanju rezanja napravljeno je pet serija neprekinute obrade u trajanju od 15 min, a ukoliko pojedino stanje nije izdržalo predviđeno vrijeme, obrada je prekinuta kod potpunog istrošenja alata. Nakon obrade pločice su analizirane na scanning elektronskom mikroskopu SEM – TESCAN VEGA TS5136LS u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Na pločicama je mjereno trošenje stražnje površine alata,  $VB$ , mm. Na slici 6.90 prikazano je trošenje stražnje površine oštrice nakon tokarenja u trajanju od 15 min.



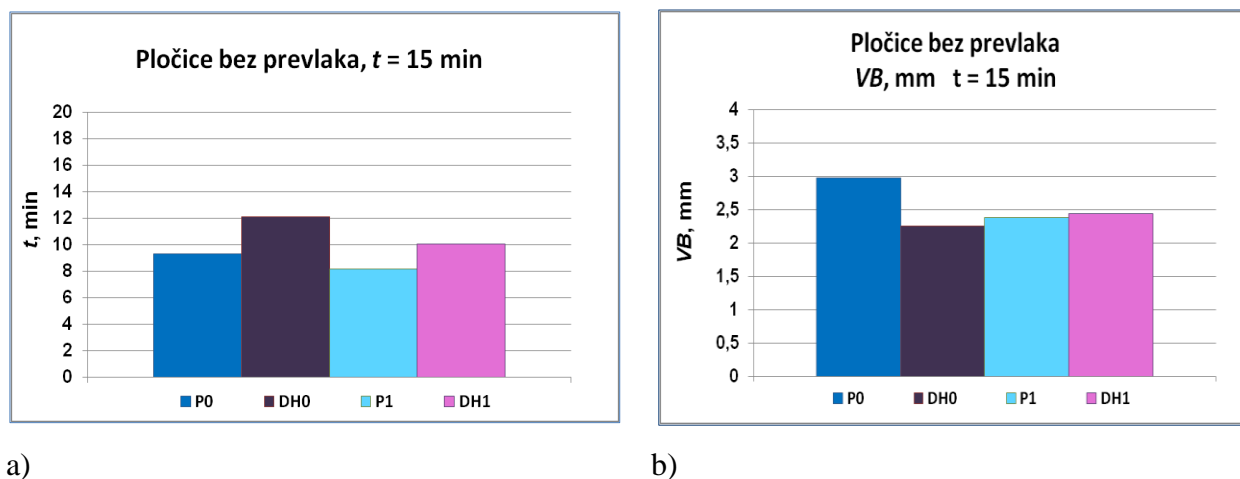
Slika 6.90: Rezna oštrica od brzoreznog čelika PM S390 MC nakon ispitivanja trošenja  
a) trošenje rezne oštrice,  
b) izmjereni parametri trošenja na reznoj oštrici

Nakon svakog prolaza od 15 min istrošena pločica zamijenjena je novom od idućeg stanja tako da su sve pločice od svih stanja nasumično prošle cijeli obradak. Obzirom da je materijal obratka alatni čelik proizveden EPT postupkom (elektropretaljivanje čelika pod troskom), moguće su veće nakupine karbida u mikrostrukтури koje pri rezanju uzrokuju povećano trošenje alata. Na slici 6.91 prikazane su rezne pločice korištene u ovom radu prije i poslije provedenog ispitivanja trošenja rezanjem.



Slika 6.91: Rezne oštrice CNMA 120408 a) nova pločica stanja DH2  
b) istrošena pločica stanja DH0

Na slici 6.92 prikazani su rezultati trošenja na reznim pločicama bez prevlaka.



Slika 6.92: Rezultati ispitivanja trošenja:

- a) prosječno vrijeme u obradi koje su pločice bez prevlake izdržale pri kontinuiranom rezanju u vremenu do maksimalno 15 min
- b) trošenje stražnje površine pločica bez prevlake pri kontinuiranom rezanju u vremenu do maksimalno 15 min

U tablici 6.32 prikazano je vrijeme trajanja alata pri kontinuiranom ispitivanju trošenja u trajanju  $t_{max} = 15$  min. U tablici 6.33 prikazana je vrijednost trošenja stražnje površine alata VB, mm pri kontinuiranom ispitivanju trošenja u trajanju  $t_{max} = 15$  min.

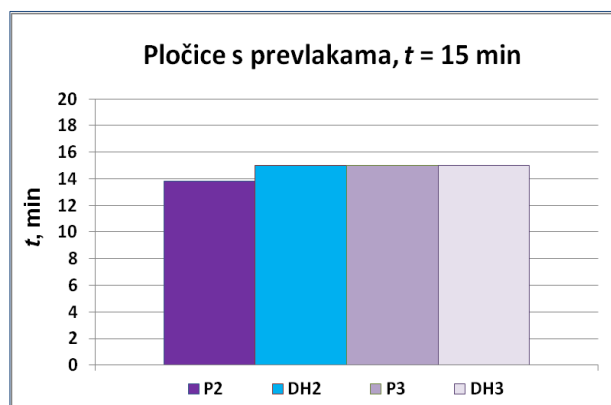
Tablica 6.32: Vrijeme trajanja alata pri kontinuiranom ispitivanju trošenja rezanjem do  $t_{max} = 15$  min

broj serija	vrijeme $t$ , min							
	P0	DH0	P1	DH1	P2	DH2	P3	DH3
1 serija	13,65	14,83	15	15	15	15	15	15
2 serija	4,23	6,77	1,82	3,89	13,42	15	15	15
3 serija	7,86	14,2	4,06	9,66	15	15	15	15
4 serija	5,64	9,81	9,56	12,43	15	15	15	15
5 serija	15	15	10,3	9,23	10,62	15	15	15
$\bar{X}$	9,28	12,12	8,15	10,04	13,81	15	15	15

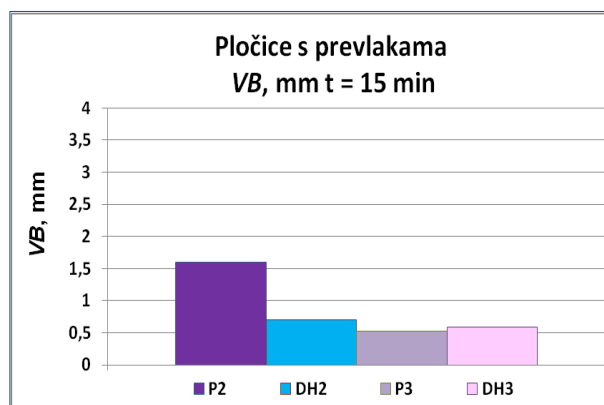
Tablica 6.33: Trošenje stražnje površine alata,  $VB$ , mm pri kontinuiranom ispitivanju trošenja rezanjem u trajanju  $t = 15$  min

broj serija	Trošenje stražnje površine $VB$ , mm							
	P0	DH0	P1	DH1	P2	DH2	P3	DH3
1 serija	3,741	3,097	1,238	0,888	0,247	0,647	0,467	0,509
2 serija	3,742	2,418	2,287	2,981	2,726	0,941	0,705	0,57
3 serija	2,907	2,924	3,651	3,015	0,901	0,453	0,481	0,87
4 serija	3,677	2,268	2,588	2,668	0,837	0,727	0,444	0,569
5 serija	0,824	0,555	2,16	2,639	3,249	0,754	0,538	0,448
$\bar{X}$	2,978	2,252	2,385	2,438	1,592	0,704	0,527	0,593

Rezne pločice s TiAlN prevlakom izdržale su predviđeno vrijeme trajanja obrade od 15min osim stanja P2 koje u dvije serije nije izdržalo predviđeno vrijeme rezanja. Na slici 6.93 prikazano je vrijeme obrade i trošenje stražnje površine alata s TiAlN prevlakom.



a)



b)

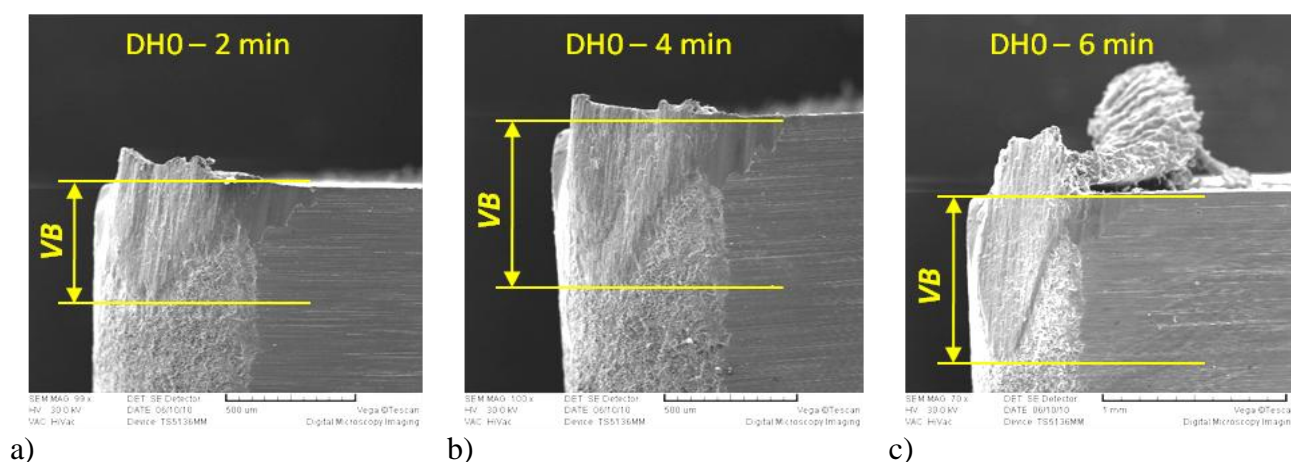
Slika 6.93: Rezultati ispitivanja trošenja:

- a) prosječno vrijeme u obradi koje su pločice s prevlakom izdržale pri kontinuiranom rezanju u vremenu od 15 m  
 b) trošenje stražnje površine pločica s prevlakom pri kontinuiranom rezanju u vremenu od 15 min



### 6.6.1 Snimanje krivulje trošenja

Osim kontinuiranog ispitivanja trošenja rezanjem u okviru ovog rada snimane su i krivulje trošenja na način da je obrada prekidana svake 2 minute nakon čega je stavljana pločica od idućeg stanja u zahvat. Nakon skidanja trošenje stražnje površine rezne oštrice snimano na skenirajućem elektronskom mikroskopu nakon čega su pločice ponovno vraćane u zahvat. Kod ovog ispitivanja napravljene su po tri serije sa svakim stanjem reznih pločica. Na slici 6.94 prikazane su SEM slike trošenja stražnje površine rezne pločice stanja DH0 kod koje je do potpunog istrošenja došlo nakon 6 min.



Slika 6.94: SEM slike trošenja alata stanja DH0 pri snimanju krivulje trošenja nakon a) 2 min, b) 4 min, c) 6 min

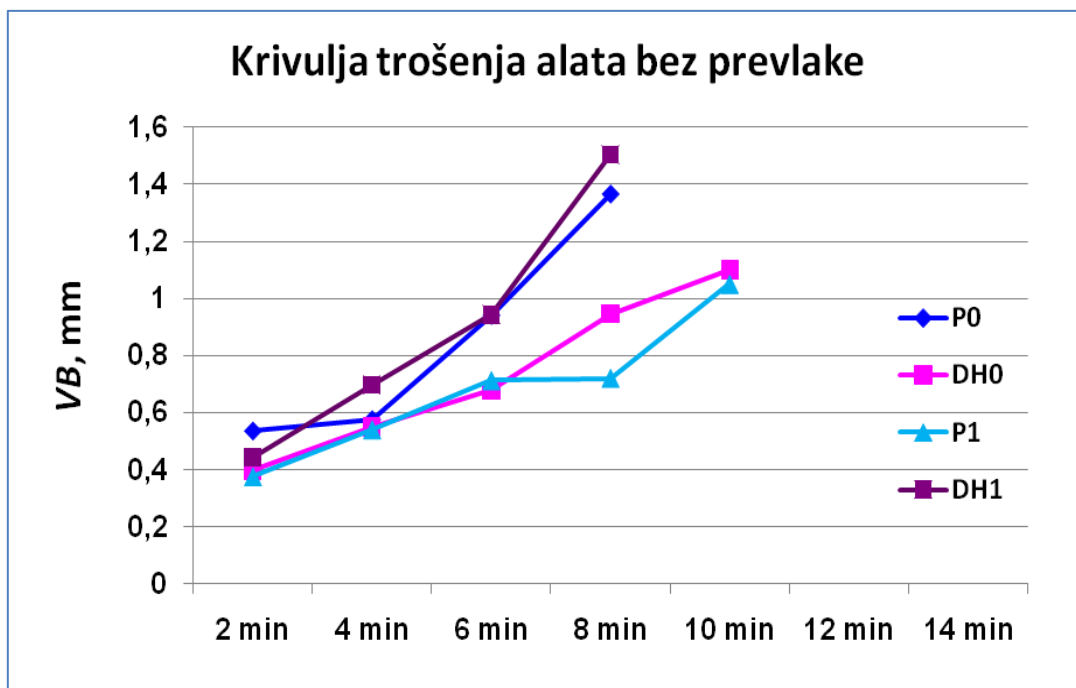
U tablici 6.34 prikazane su vrijednosti trošenja stražnje površine reznih pločica mjerenih na skenirajućem elektronskom mikroskopu SEM – TESCAN VEGA TS5136LS u Laboratoriju za materijalografiju FSB-a u Zagrebu.

Tablica 6.34: Vrijednosti trošenja (kumulativno) stražnje površine (VB) snimanih svake 2 min

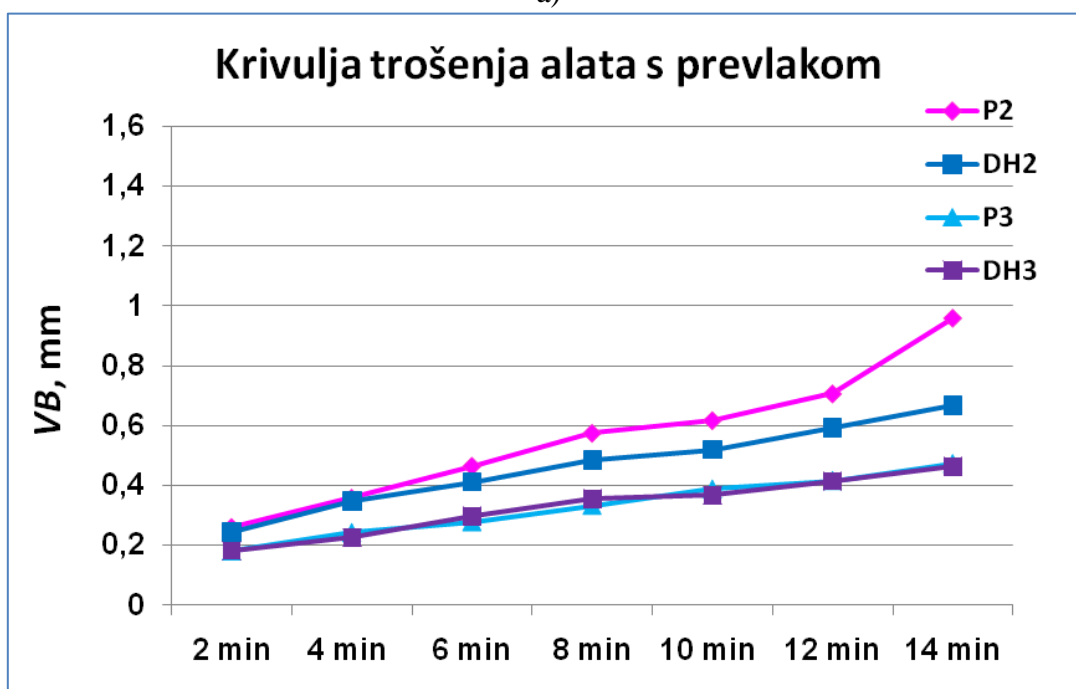
stanje	Trošenje stražnje površine VB, mm						
	2 min	4 min	6 min	8 min	10 min	12 min	14 min
P0	0,536	0,576	0,941	1,366	-	-	-
DH0	0,3979	0,5511	0,678	0,946	1,101	-	-
P1	0,375	0,54	0,713	0,721	1,051	-	-
DH1	0,4435	0,6972	0,9433	1,503	-	-	-
P2	0,2606	0,3581	0,4651	0,5751	0,6176	0,7068	0,9596
DH2	0,2436	0,3474	0,4118	0,4838	0,5195	0,5926	0,6673
P3	0,1801	0,2422	0,2783	0,3329	0,3875	0,416	0,4724
DH3	0,1821	0,2259	0,297	0,3549	0,367	0,414	0,4629



Iz tablice je vidljivo da pločice bez prevlake nisu izdržale svih predviđenih 14 minuta u zahvatu već je do potpunog istrošenja došlo ranije, u prosjeku nakon 8 minuta. Na slici 6.95 prikazane su krivulje trošenja snimljene nakon prekidanja obrade svake 2 minute.



a)

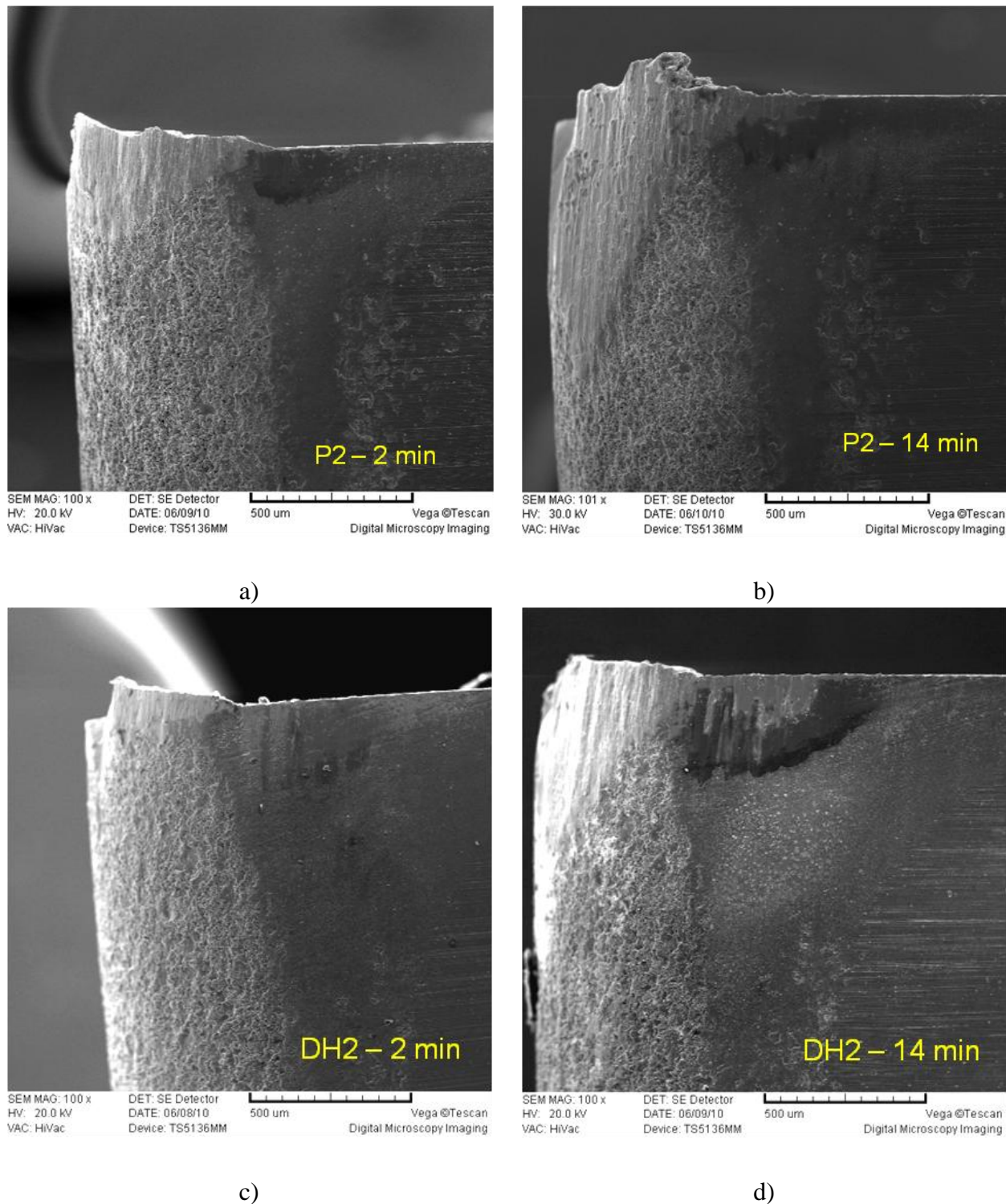


b)

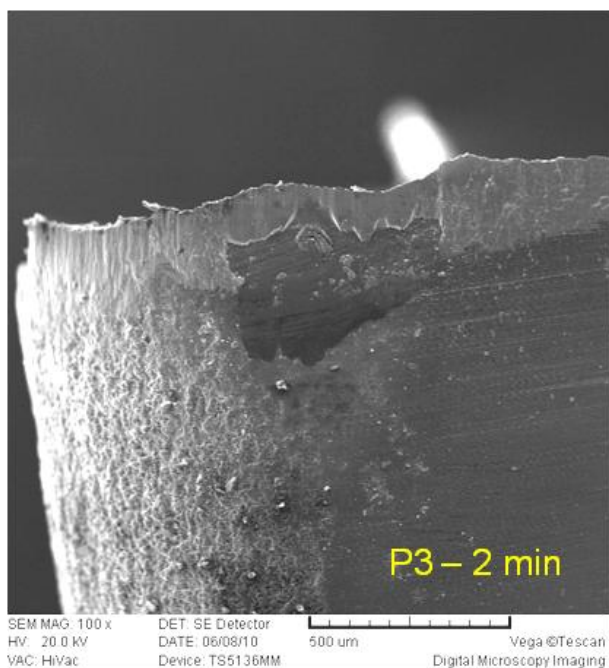
Slika 6.95: Krivulje trošenja a) alati bez prevlake

b) alati s prevlakom

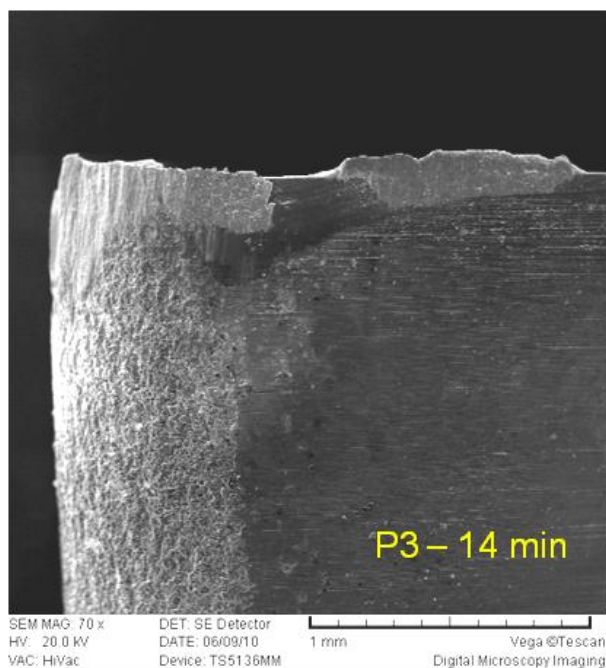
Na slici 6.96 i 6.97 prikazane su pripadne SEM fotografije trošenja stražnje površine oštrica alata s prevlakom stanja P2, DH2, P3 i DH3 nakon završetka snimanja krivulje trošenja u prvoj seriji. Slika 6.98 prikazuje trošenje prednje površine reznih oštrica nakon završetka snimanja krivulje trošenja.



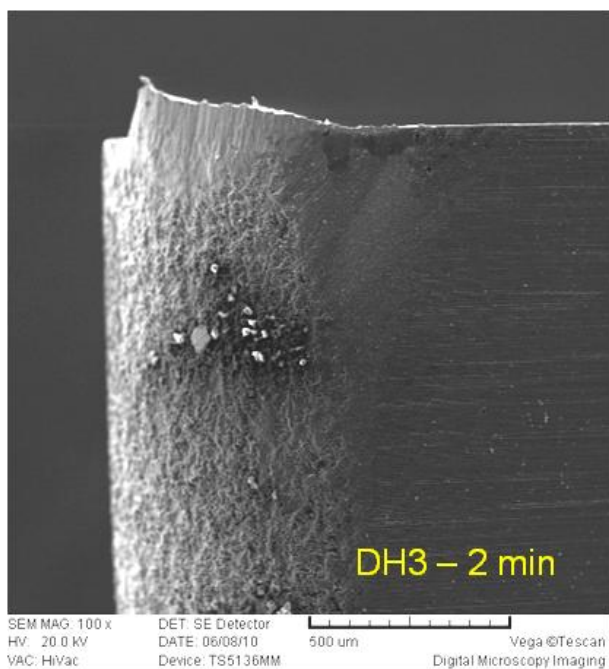
Slika 6.96: SEM fotografije trošenja stražnje površine ispitivanih reznih pločica  
a) P2 – 2 min, b) P2 – 14 min, c) DH2 – 2 min, d) DH2 – 14min



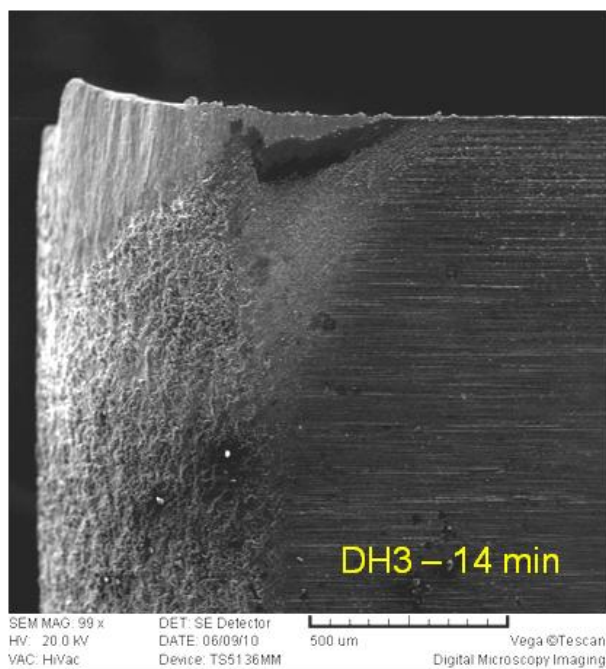
a)



b)



c)

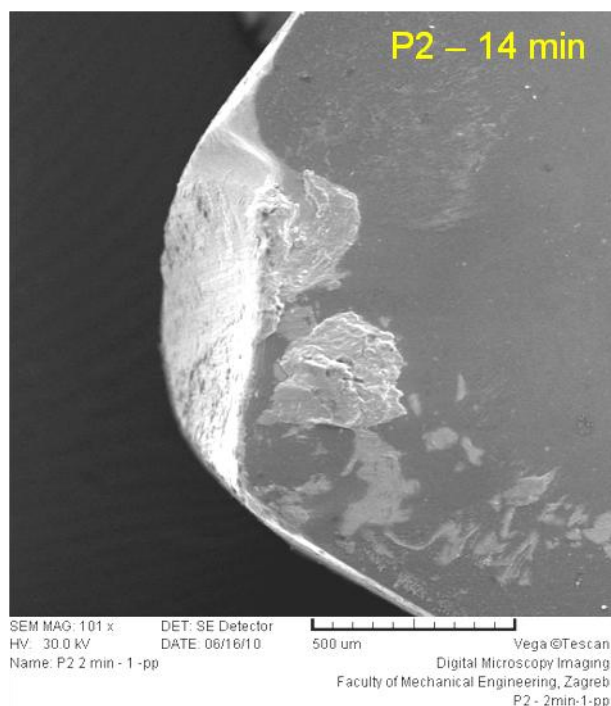


d)

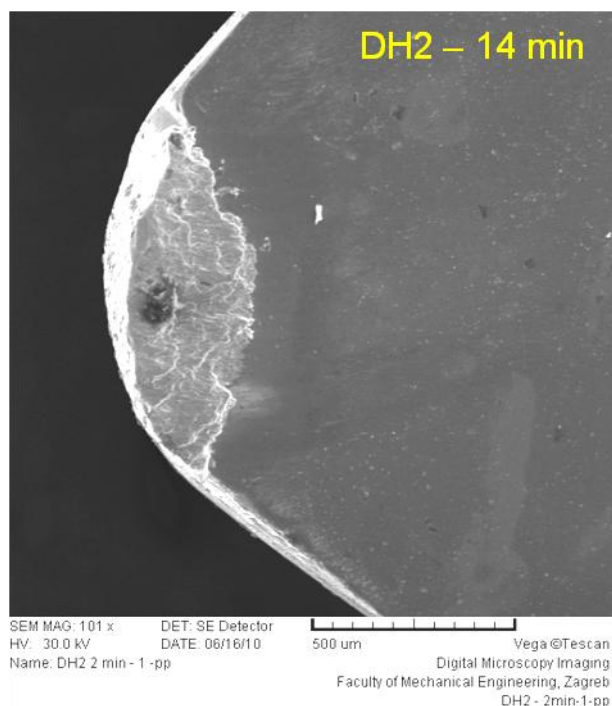
Slika 6.97: SEM fotografije trošenja stražnje površine ispitivanih reznih pločica

a) P3 – 2 min, b) P3 – 14 min, c) DH3 – 2 min, d) DH3 – 14min

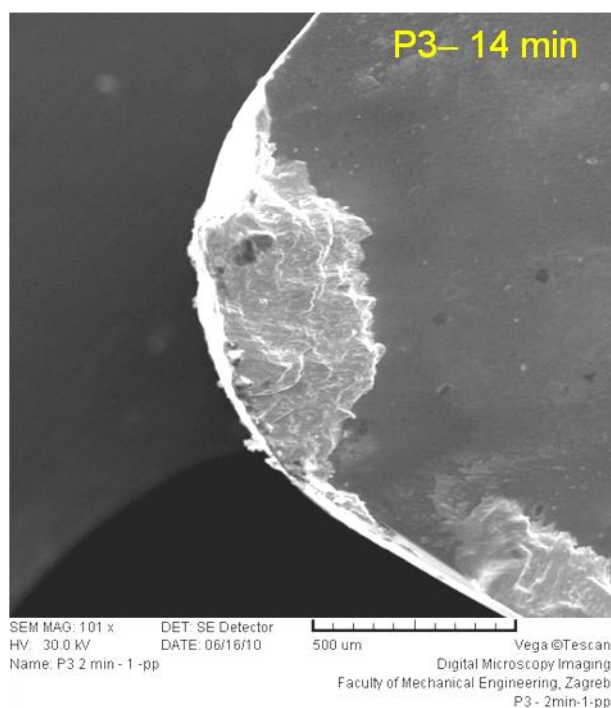




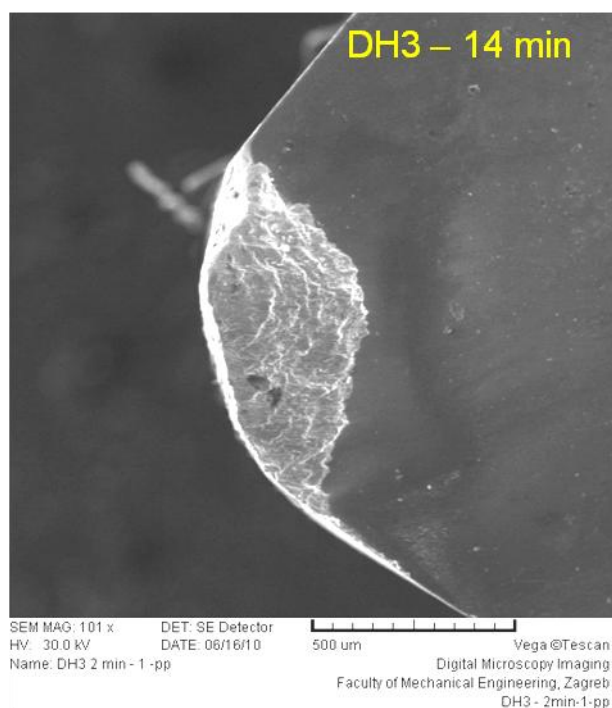
a)



b)



c)



d)

Slika 6.98: SEM fotografije trošenja prednje površine ispitivanih reznih pločica

a) P2 – 14 min, b) DH2 – 14 min, c) P3 – 14 min, d) DH3 – 14 min

### 6.6.2 Indeks učinkovitosti prevučenih alata, *NCTE-indeks*

Pri različitim ispitivanjima trošenja alata pokazalo se da alati s prevlakama manje troše od neprevučenih alata, bez obzira na postupak ispitivanja (tokarenje, glodanje, itd.). Prema [3] s ciljem brojčane usporedbe trošenja različitih alata uvedeni su indeksi trošenja.

*CTE-indeks* (eng. „coated tool efficiency index“) ili indeks učinkovitosti alata s prevlakom definiran je kao omjer trajanja alata s prevlakom u odnosu na trajanje jednakog alata bez prevlake. Parametri obrade ne moraju biti jednaki.

$$CTE = \frac{t_{VB(\text{alat s prevlakom})}}{t_{VB(\text{alat bez prevlake})}}$$

Pri normalnoj obradi kriterij trošenja koji se uzima za izračunavanje ovog indeksa je  $VB = 0,40$  mm. Takav indeks označava se kao  $CTE_{0,40}$ . Moguće je uzeti i druge kriterije za izračunavanje ovog indeksa, ovisno o vrsti obrade (fina obrada,  $VB = 0,20$  mm, itd.).

Za usporedbu različitih prevučenih alata korištenih za istu namjenu uveden je indeks učinkovitosti prevučenih alata ili *NCTE-indeks* (eng. „new coated tool efficiency index“). Ovaj indeks je definiran kao omjer vremena trajanja prevučenih alata do određenog istrošenja uz jednake parametre rezanja.

$$NCTE = \frac{t_{VB(\text{alat s prevlakom})}}{t_{VB(\text{referentni alat s prevlakom})}}$$

Nakon provedenog ispitivanja trošenja rezanjem određeno je vrijeme za koje se stražnja površina prevučenih alata istrošila za  $VB = 0,40$  mm. Na temelju tih vrijednosti izračunat je *NCTE-indeks*, a kao referentni alat s prevlakom određeno je stanje P2. U tablici 6.35 prikazani su *NCTE-indeksi*.

Tablica 6.35:  $NCTE_{0,40}$  - indeks

STANJE	$NCTE_{0,40}$ - indeks
P2	1
DH2	1,21
P3	2,23
DH3	2,395

*CTE-indeks* nije bilo moguće izračunati jer je trošenje alata bez prevlake bilo znatno veće od trošenja alata s prevlakom.

Izračunati indeksi učinkovitosti alata pokazali su da je dubokim hlađenjem postignuta veća trajnost alata u odnosu na klasičnu toplinsku obradu, ali treba istaknuti da je veći učinak postignut nitriranjem nego dubokim hlađenjem. Ukoliko se kompariraju nitrirana stanja duboko hlađeno stanje DH3 je stanje koje je imalo najmanje trošenje iako je iz slike 6.95 vidljivo da se krivulje trošenja stanja P3 i DH3 gotovo poklapaju.





## 7. ANALIZA REZULTATA I DISKUSIJA

U svrhu ispitivanja utjecaja mikrostrukture brzoreznog čelika PM S390 MC koja je mijenjana dubokim hlađenjem i nitriranjem, na tribološka svojstva prevučenog reznog alata provedena su laboratorijska ispitivanja te ispitivanje trošenja jednoreznim alatom što je opisano u poglavlju 6. U ovom poglavlju predviđena je analiza dobivenih rezultata prikazanih u poglavlju 6 te diskusija mikrostrukturnih promjena dobivenih različitim toplinsko kemijskim obradama i njihov utjecaj na rezultate.

### **Analiza provedene toplinske obrade brzoreznog čelika PM S390 MC**

Temperatura austenitizacije i temperature popuštanja čelika PM S390 MC odabrane su prema literaturnim preporukama te prema preliminarnim istraživanjima provedenim na IMT Ljubljana. Odabrana temperatura austenitizacije nalazi se ispod preporučene donje temperature austenitizacije od strane proizvođača. Cilj je bio odabrati temperaturu austenitizacije i temperature popuštanja koje će u obje toplinske obrade dati visoku tvrdoću i otpornost na trošenje koja se zahtijeva kod reznih alata. Obzirom da se kod dubokog hlađenja preporuča odabir što niže temperature austenitizacije radi dobivanja što više primarnog martenzita i što manje zaostalog austenita nakon kaljenja, trebalo je optimirati parametre klasične toplinske obrade. Prvobitno odabrane temperature popuštanja prema preliminarnim ispitivanjima bile su 560°/560°/520°C/2h za temperaturu austenitizacije 1130°C. Tvrdoća dobivena ovim parametrima toplinske obrade bila je 63,5 HRC. Ovim parametrima obrađene su dvije rezne pločice te je napravljena proba rezanja koja je bila vrlo loša. Obje oštrice na reznoj pločici potpuno su se istrošile za 20-tak sekundi. Pokazalo se da su odabrane vrijednosti temperatura popuštanja previsoke tj. prešle su granicu sekundarnog očvrnuća. Nakon toga odabrane su niže vrijednosti temperatura popuštanja 520°/520°/490°C/2h koje su oko područja sekundarnog očvrnuća za odabranu nisku temperaturu austenitizacije. Ovim parametrima dobivena je tvrdoća 66 HRC. Proba rezanja provedena je uspješno te su za odabrane parametre rezanja (preporučene vrijednosti brzine, posmaka i dubine rezanja od strane proizvođača materijala obratka za obradu tokarenjem alatima od brzoreznog čelika) obje oštrice na reznoj pločici izdržale predviđeno vrijeme kontinuirane obrade od 15 minuta.

Nakon provedenih toplinskih obrada izmjerene vrijednosti tvrdoće su za samo popuštene uzorke 66 HRC (917 HV1), za duboko hlađene uzorke 66,5 HRC (945 HV1) što je u skladu s očekivanjem jer je dubokim hlađenjem ostvarena gotovo potpuna pretvorba zaostalog austenita u martenzit i ima ga manje nego nakon tri visokotemperaturna popuštanja. Prema literaturi [69] bez obzira na temperaturu i trajanje dubokog hlađenja zaostali austenit se nikada u potpunosti ne može eliminirati te je u odnosu na odabranu temperaturu austenitizacije i provedeno duboko hlađenje i popuštanja procijenjeni udio zaostalog austenita u uzorcima u ovom doktorskom radu manje od 5%. Također, prema literaturi [24 - 38], pretpostavlja se da je došlo i do izlučivanja nanometarskih  $\eta$ -karbida tipa  $M_2C$  [28, 34] koji ne utječu na porast tvrdoće, ali utječu na povećanje otpornosti na trošenje.

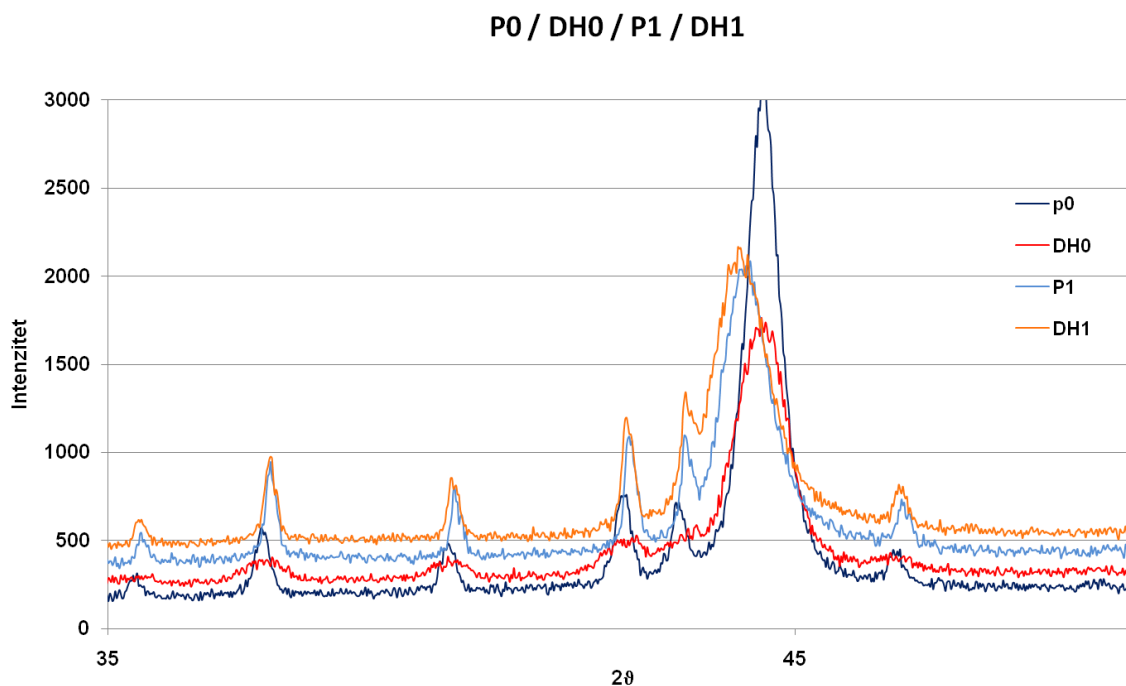
Nakon toplinske obrade dio uzoraka je nitriran u plazmi ionizirajućih plinova radi stvaranja difuzijske zone debljine 10  $\mu m$  koja će povoljno utjecati na prionjivost TiAlN prevlake. Nakon nitriranja izmjerena je površinska tvrdoća ispitnih uzoraka te tvrdoća jezgre. Pokazalo se da je kod duboko hlađenih uzoraka nitriranjem došlo do neznatnog smanjenja tvrdoće jezgre sa 945 HV1 na 936 HV1 dok je tvrdoća klasično toplinski obrađenih uzoraka ostala nepromijenjena tj. 917 HV1. Površinska tvrdoća same difuzijske zone gotovo je jednaka, 1515 HV0,05 ( $h_{max} = 1,34 \mu m$ ) za stanje DH1 i 1508 HV0,05 ( $h_{max} = 1,32 \mu m$ ) za stanje P1.

### **Analiza rezultata ispitivanja na uzorcima bez prevlaka**

#### ***Metalografska analiza***

Metalografska analiza uzoraka bez prevlake pokazala je karakterističnu mikrostrukturu brzoreznih čelika dobivenih metalurgijom praha što je vidljivo na slikama 6.11, 6.12, 6.13, 6.14. Kuglasti eutektički karbidi, promjera manjeg od 1  $\mu m$ , ravnomjerno su distribuirani po martenzitnoj matrici. **EBSD i EDS analizom** utvrđena su dvije vrste karbida,  $M_6C$  ( $Fe_3W_3C$ ) i  $MC$  (VC) karbida što je u skladu s [52], a opisano u poglavlju 4. Na većim povećanjima mikrostrukture, prikazanim na slikama 6.4, 6.5 i 6.6 vidljivi su i sekundarni karbidi tipa  $M_3C$ . Uočene su i kuglice MnS ili vjerojatnije sustav kompleksnih sulfida  $(Mn, Cr, Fe)_xS_y$  koje su, pretpostavlja se, prisutne radi poboljšanja obradivosti odvajanjem čestica promatranog brzoreznog čelika. Na slikama 6.11 i 6.12 pri velikom povećanju može se vidjeti martenzitna matrica koje se kod duboko hlađenog stanja DH0 čini finija tj. iglice martenzita se čine sitnije, a što se vidi i na slici 6.6 pri većim povećanjima. Također vidljiva je razlika između martenzita dobivenog kaljenjem i martenzita dobivenog pri visoko temperaturnom popuštanjem, a koji je u mikrostrukтури vidljiv kao svjetliji.

**XRD analizom** primijećena je razlika u visini difrakcijskih maksimuma koji su kod duboko hlađenog stanja znatno manji i obliji nego kod klasično toplinski obrađenog stanja, slike 6.28, 6.29. Također iz širine maksimuma kod svih analiziranih uzoraka (P0, DH0, P1 i DH1) vidljivo je da se radi o vrlo finoj, sitnozrnatoj mikrostrukturi brzoreznog čelika koji je dobiven metalurgijom praha. Na slici 7.1 prikazan je detalj rendgenskog spektra za uzorke bez prevlake. Prikazani su kutovi od 35 – 50 °.

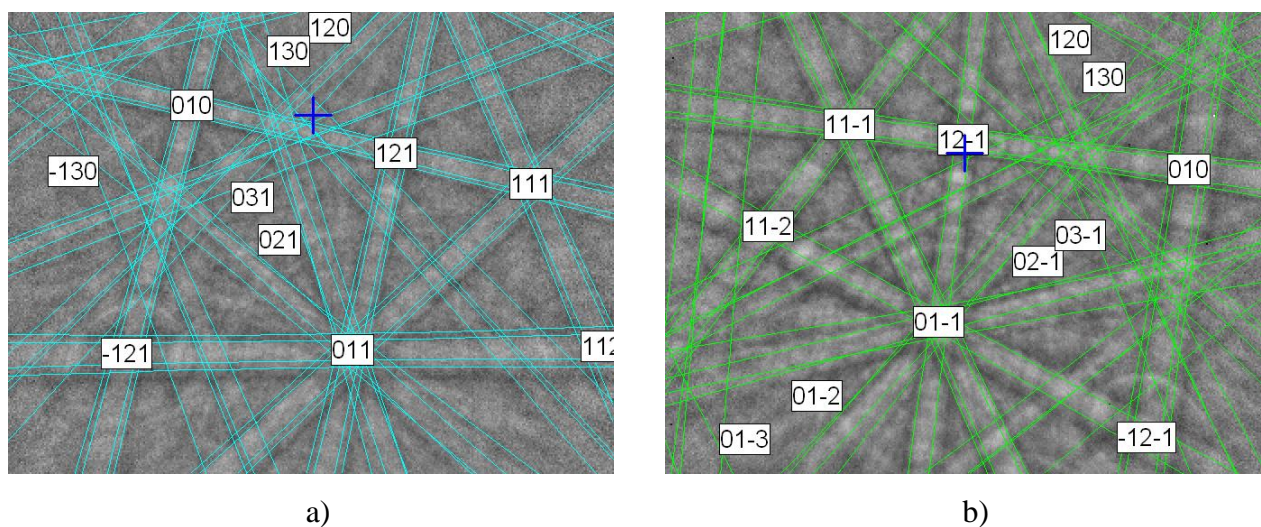


Slika 7.1: Usporedni spektri XRD analize na uzorcima bez prevlake (P0, DH0, P1, DH1)

Difrakcijski maksimum na kutu od  $44,677^\circ$  odgovara Fe matrici martenzita. Vidljiva je razlika u visini maksimuma koja je za stanje P0 dva puta veća nego za stanje DH0, a visina nam ukazuje na teksturu tj. na središtenost mikrostrukture. Širina maksimuma na polovici visine ukazuje na veličinu kristalnog zrna. Veća širina ukazuje na sitnija kristalna zrna, što znači da je mikrostruktura martenzita sitnija tj. iglice martenzita su finije kod duboko hlađenog stanja, a to je u skladu i sa prethodnom analizom mikrostrukture na FE SEM-u i vidljivo na slici 6.6. Nakon nitriranja difrakcijski maksimumi martenzita su se pomaknuli u lijevu stranu što ukazuje na povećanje parametra rešetke, a do čega je došlo uslijed ulaska atoma dušika u kristalnu rešetku martenzita. Veća širina na polovini visine maksimuma za stanje DH1 ukazuje na sitnije zrno tj. finiju mikrostrukturu nakon dubokog hlađenja.

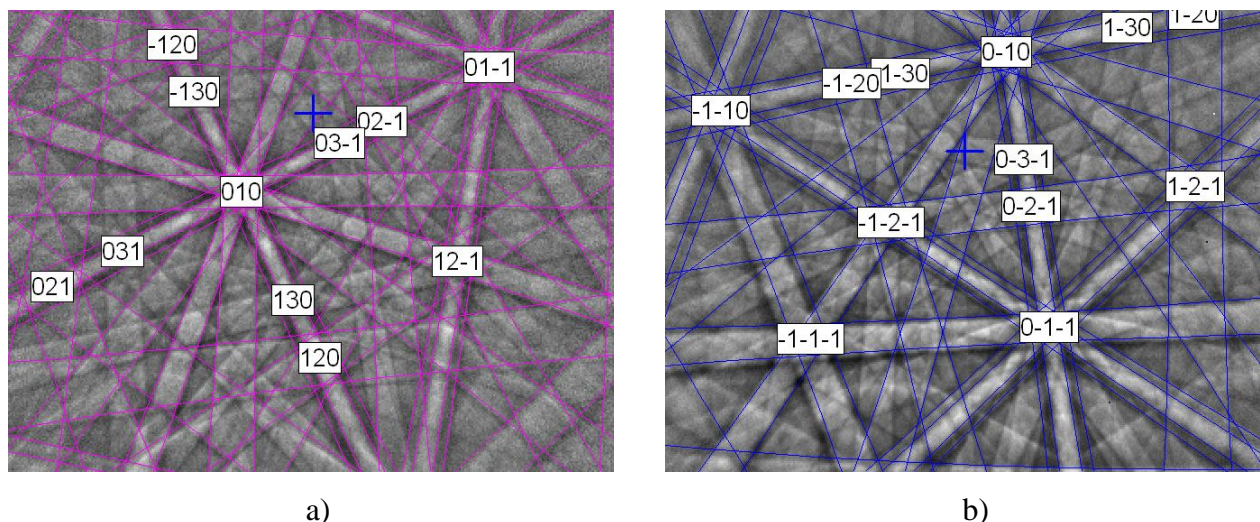
Ostali maksimumi, osim onog na  $43,963^\circ$  koji pripada  $\text{Fe}_3\text{N}$ , pripadaju karbidima VC i  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ . Vidljivo je da postoji velika razlika u obliku i visini maksimuma koji pripadaju karbidima između stanja P0 i DH0. Kod duboko hlađenog stanja širina maksimuma i mali intenzitet ukazuju da kristalna struktura karbida nije potpuno pravilna tj. da u strukturi karbida ima grešaka i deformacija ili da se te vrste karbida pojavljuju još u obliku raspršenih karbida malih dimenzija. Karbidi inače imaju vrlo pravilnu kristalnu strukturu s vrlo izrazitom usmjerenosti. Nakon nitriranja intenzitet maksimuma karbida kod duboko hlađenog stanja DH1 se povećao te su se maksimumi suzili što bi moglo ukazivati na povećanje zrna te središnju mikrostrukturu, ali i na mogućnost nestanka karbida malih dimenzija ili njihovu pretvorbu u neki drugi tip karbida. Pomicanje maksimuma prema većim kutovima (u desno) govori o smanjenju parametara kristalne rešetke.

Kako bi se utvrdilo da li je kristalna struktura karbida VC i  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  u duboko hlađenom stanju DH0 stvarno nesređena tj. da li ima grešaka i deformacija kristalne rešetke, a što je dala naslutiti XRD analiza, naknadno je provedena EBSD analiza i na uzorku DH0. Vodio se računa da se analiza napravi na jednakim ravninama kao i kod uzorka P0 kako bi se kristalne rešetke mogle usporediti. Rezultati usporedbe prikazani su na slikama 7.2 i 7.3.



Slika 7.2: Indeksirana EBSD slika  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  karbida: a) uzorak P0, b) uzorak DH0





Slika 7.3: Indeksirana EBSD slika VC karbida: a) uzorak P0, b) uzorak DH0

Analiza je pokazala da je struktura karbida i kod uzorka DH0 sređena i pravilna tj. da u karbidima nema grešaka i deformacija kristalne rešetke. Iz ovoga bi se moglo zaključiti da se karbid VC i  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  pojavljuju još u obliku raspršenih karbida vrlo malih dimenzija koje rendgenska difrakcija vidi kao „nesavršenost“ mikrostrukture.

Iz XRD analize mikrostrukture moguće je zaključiti da postoji velika razlika između mikrostrukture brzoreznog čelika PM S390 MC nakon klasične toplinske obrade i dubokog hlađenja, a koja nije vidljiva na slikama dobivenim na FE SEM-u. Razlike u mikrostrukтури tj. očekivane  $\eta$ -karbide tipa  $\text{M}_2\text{C}$  trebalo bi utvrditi detaljnom analizom na TEM-u i drugim dostupnim metodama.

- **Lomna žilavost  $K_{IC}$**

Lomna žilavost klasično toplinski obrađenog i duboko hlađenog stanja određena je empirijski na temelju kvantitativne metalografske analize i izmjerene tvrdoće. Kvantitativna metalografska analiza nije pokazala značajne razlike u udjelima karbida. Obzirom da je udio zaostalog austenita procijenjen kod oba promatrana stanja na manje od 5 % najveći utjecaj na iznos izračunate lomne žilavosti imale su vrijednosti tvrdoće. Dobivene vrijednosti lomne žilavosti su podjednake ( $5,8 \text{ MPa m}^{1/2}$  za stanje DH0 i  $5,7 \text{ MPa m}^{1/2}$  za stanje P0) tj. može se zaključiti da duboko hlađenje ne utječe bitno na lomnu žilavost što su pokazala i prethodna istraživanja na promatranom čeliku [38, 70].



- ***Tlačno ispitivanje***

Iz rezultata tlačnog ispitivanja vidljivo je da je tlačna čvrstoća te granica stlačivanja neznatno veća kod duboko hlađenih uzoraka (DH0) nego kod klasično toplinski obrađenih uzoraka (P0). Iz dijagrama na slici 6.36 vidljivo je da je za jednaki stupanj deformacije potrebno veće opterećenje kod uzoraka DH0. Oblik krivulja naprezanje – deformacija gotovo je jednak u oba slučaja s malom razlikom u dijelu gdje započinje plastična deformacija. Nagib krivulje P0 nešto je manji od nagiba DH0 što nam govori da je i faktor očvrnuća i otpornost na deformaciju kod stanja P0 nešto manji. Razlika između faktora očvrnuća vrlo je mala jer je i razlika u udjelu zaostalog austenita gotovo zanemariva.

- ***Otpornost na adhezijsko trošenje tj. naljepljivanje***

Rezultati ispitivanja otpornosti na intenzivno adhezijsko trošenje tj. naljepljivanje pokazali su da se dubokim hlađenjem povećava otpornost na pojavu naljepljivanja, slika 6.40. Promatrane kritične sile  $L_{C1}$  i  $L_{C2}$  kod duboko hlađenog stanja veće su za 50% odnosno 80% u odnosu na stanje P0 što je vidljivo iz tablica 6.14 i 6.15. Nitiranje značajno doprinosi povećanju otpornosti na pojavu naljepljivanja kod klasično toplinski obrađenih stanja što je bilo i očekivano obzirom da se nitiranjem smanjuje faktor trenja, a time i povećava otpornost na adhezijsko trošenje. Promatrane kritične sile kod nitiranog čelika, stanje P1, veće su 60% i gotovo 90% u odnosu na stanje P0. Kod duboko hlađenih stanja nitiranjem nije dobiveno značajno povećanje otpornosti na adhezijsko trošenje kao kod klasično toplinski obrađenih stanja. Iako je prosječni faktor trenja kod stanja DH1 manji nego kod DH0, slika 6.43 do stvaranja naljepka kod stanja DH1 došlo je pri nešto manjoj kritičnoj sili  $L_{C2}$  nego kod DH0 iz čega proizlazi da nitiranje nakon dubokog hlađenja nije povećalo otpornost na adhezijsko trošenje.

Rezultati upućuju da duboko hlađenje doprinosi povećanju otpornosti na adhezijsko trošenje gotovo kao i nitiranje kod klasično toplinski obrađenog stanja.

- ***Otpornost na suho klizno trošenje, suha abrazija***

Rezultati ispitivanja otpornosti na suho klizno trošenje pokazuju da je najveće trošenje ostvareno kod klasično toplinski obrađenog stanja P0, slika 6.45. Dubokim hlađenjem istrošeni volumen smanjen je za 23%, tablice 6.16 i 6.17. Nitiranjem je također ostvareno manje trošenje. Kod stanja P1 ostvareno je smanjenje istrošenog volumena za 18% dok je stanje DH1 pokazalo najbolju otpornost na trošenje s 24% manjim istrošenim volumenom u odnosu na stanje P0. Dobiveni faktor trošenja najmanji je za stanje DH1 pa DH0 te P1. Iz rezultata se može zaključiti da

je dubokim hlađenjem ostvareno značajno povećanje otpornosti na trošenje kod suhog kliznog trošenja tj. suhe abrazije. Iako je površinska tvrdoća stanja P1 veća od tvrdoće stanja DH0 manje trošenje ostvareno je kod stanja DH0 što nije uobičajeno. Rezultati podupiru literaturne izvore [34 - 43] prema kojima duboko hlađenje znatno pridonosi povećanju otpornosti na trošenje abrazijom usprkos neznatnom povećanju tvrdoće, a upravo radi izlučivanja nanometarskih  $\eta$ -karbida unutar martenzita [38, 39, 40]. U ovom slučaju je interesantno što je bolja otpornost na trošenje iskazana kod stanja DH0 koje ima manju tvrdoću od stanja P1, a nitriranje nakon dubokog hlađenja nije značajno utjecalo na daljnje povećanje otpornosti na trošenje. Može se zaključiti da je u uvjetima suhog kliznog trošenja (suhe abrazije) dubokim hlađenjem ostvareno najznačajnije povećanje otpornosti na trošenje dok utjecaj nitriranja nije bio toliko značajan.

Faktor trenja kod ovog ispitivanja prikazan je na slici 6.46. Najveći faktor trenja bio je kod stanja DH0, dok su nitrirana stanja imala najmanji, podjednaki faktor trenja. Iako je trošenje duboko hlađenog stanja DH0 manje od trošenja stanja P0, prosječan faktor trenja je veći. Evidentno je da nitriranje snižava faktor trenja bez obzira na to je li podloga bila klasično toplinski obrađena ili duboko hlađena. Iako duboko hlađeno stanje DH0 ima najviši faktor trenja, nakon nitriranja (stanje DH1) postignut je najmanji faktor trenja

### **Analiza rezultata ispitivanja uzoraka s TiAlN prevlakom**

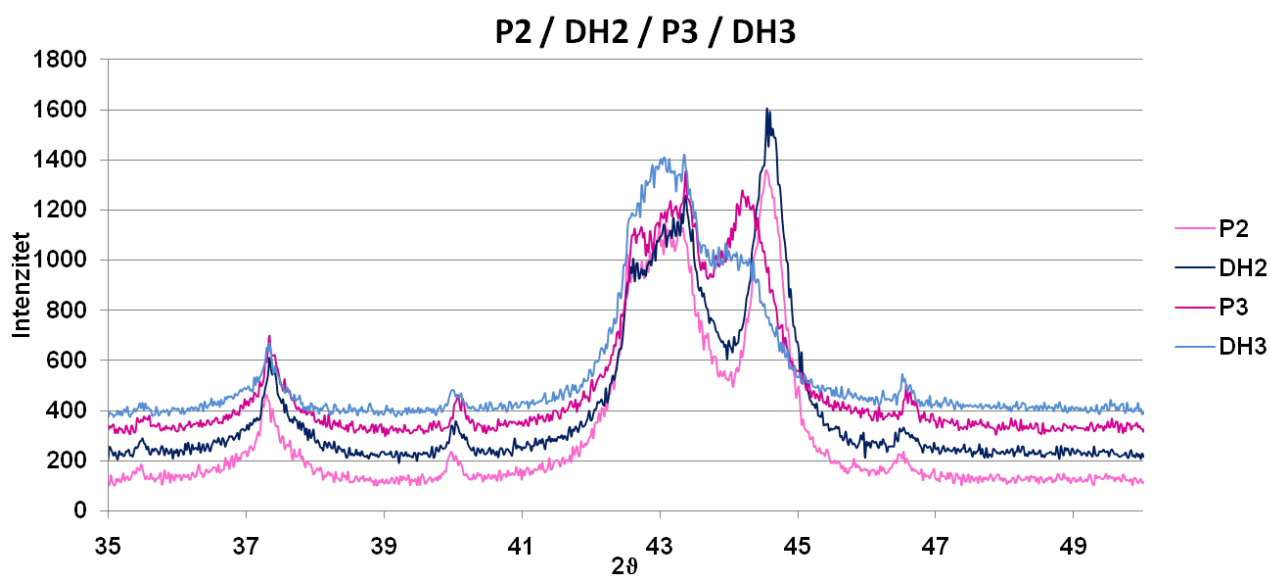
#### ***Kemijski sastav, mikrostruktura i tvrdoća prevlake***

Analiza kemijskog sastava prevlake **GDOES metodom** nije pokazala razliku između prevlaka nanesenih na duboko hlađenu i klasično obrađenu podlogu tj. čelik PM S390 MC te razlike uslijed nitriranja. Primjećuje se samo oštrija granica između prevlake i podloge kod stanja koja su duboko hlađena, tj. krivulje pokazuju da je difuzija kemijskih elemenata bila bolja kod stanja koja nisu duboko hlađena.

**FE SEM** fotografije prijeloma uzoraka s prevlakom, slike 6.51 – 6.54 pokazale se način rasta prevlake u ovisnosti o podlozi. Vidljivo je da je mikrostruktura prevlake stupičasta na svim uzorcima osim na uzorku stanja P2 gdje je mikrostruktura prevlake fino zrnata. Vidljiv je i prekid kontinuiteta rasta prevlake na svim uzorcima jer je depozicija bila prekinuta nakon  $\frac{3}{4}$  vremena, prevlaka je zatim jetkana ionima radi dobivanja kompaktnog završnog sloja (eng. top layer) amorfne mikrostrukture, te je nakon toga depozicija nastavljena. Nakon ionskog jetkanja nanoseno je još približno 1  $\mu\text{m}$  TiAlN prevlake amorfne mikrostrukture što je vidljivo i na fotografijama.

**FIB analiza** također je pokazala stupičasti rast prevlake na uzorku DH2, slika 6.57b i zrnatu strukturu TiAlN prevlake na uzorku P2. Širina stupića na uzorku DH2 je otprilike 100 nm. Na slici 6.57b vidljiv je epitaksijalni rast TiAlN prevlake iznad zrna VC. Epitaksijalni rast TiAlN prevlake iznad VC u brzoreznom čeliku nastaje radi jednake kristalne strukture VC i TiN. Obje faze imaju FCC kristalnu rešetku s razlikom u parametru rešetke 1,6%. Rast prevlake na martenzitnoj matrici i na  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  karbidima određen je neslaganjem kristalne strukture s TiN. Na takvoj podlozi TiAlN prevlaka raste na polikristaličan način u sitno zrnatoj strukturi [56].  $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$  faza ima produženu FCC rešetku s parametrom rešetke 1,1 nm, što je znatno više od parametra TiN 0,424 nm.

**XRD analiza** je pokazala da nema razlike između nanesenih prevlaka bez obzira na podlogu. To je vidljivo iz difrakcijskih maksimuma TiN najvećeg intenziteta na  $42,597^\circ$  koji su jednaki kod svih uzoraka. Iz rendgenograma je vidljivo da postoji razlika u mikrostrukturnim fazama različitih stanja podloge tj. brzoreznog čelika. I na ovim uzorcima vidljiva je razlika između faza osnovnog materijala klasično popuštenog i duboko hlađenog stanja te duboko hlađenog i naknadno nitriranog stanja. Na slici 7.4 prikazan je dio spektra za sva četiri stanja s prevlakom za kutove  $35 - 50^\circ$ .



Slika 7.4: Usporedni spektri XRD analize na uzorcima P2, DH2, P3, DH3

Iz **AFM analize** vidljiva je topografija površine prevlake, slike 6.62 i 6.63. Iz rezultata je vidljivo da se hrapavost uzoraka nakon nanošenja TiAlN prevlake u odnosu na stanje bez prevlake povećava za otprilike 70%. Glavni razlog povećanju hrapavosti je jetkanje površine prije nanošenja

prevlake, a djelomično zbog morfologije prevlake i defekata u njoj. Najveću hrapavost imaju uzorci koji su prije nanošenja prevlake bili i nitrirani iako su uzorci nakon nitriranja, a prije prevlačenja bili ponovo polirani. Duboko hlađeni uzorci imaju nešto manju hrapavost u odnosu na klasično popuštene. Morfologija površine TiAlN prevlake nije jasno vidljiva na AFM snimkama jer se na površini nalazi fino zrnati sloj koji je bio nanesen nakon drugog ionskog jetkanja. Iz tog razloga nije vidljiv utjecaj podloge na rast stupova prevlake.

**Mjerenje tvrdoće** TiAlN prevlake pokazalo je da dobivene tvrdoće odgovaraju očekivanim vrijednostima za TiAlN prevlaku, tablica 6.22. Rezultati ispitivanja s opterećenjima 50 i 100 mN odgovaraju stvarnoj tvrdoći prevlake jer su maksimalne dubine utiskivanja manje od jedne desetine debljine prevlake. S porastom opterećenja vidljiv je i utjecaj podloge na tvrdoću prevlake, slika 6.70. Kod nitriranih uzoraka vrijednosti tvrdoće prevlake s porastom opterećenja su više jer je i tvrdoća podloge gotovo 50% viša od tvrdoće ne nitriranih uzoraka.

- **Prionjivost (adhezivnost) prevlake**

Prionjivost prevlake ispitana je kvalitativnim i kvantitativnim metodama. Kvalitativne metode ispitivanja (Rockwellova metoda utiskivanja, kalotest) su pokazale da je prionjivost prevlake dobra jer ne dolazi do ljuštenja prevlake po rubovima otisaka bez obzira na podlogu na kojoj se prevlaka nalazi.

Rezultati ispitivanja HRC metodom, slika 6.78, pokazali su da je prionjivost prevlake dobra na svim podlogama. Budući da su na nitriranim uzorcima vidljive pukotine iz ovog ispitivanja moguće je zaključiti da je bolja prionjivost na uzorcima koji nisu nitrirani.

Ispitivanje brazdanjem („scratch test“) je pokazao da duboko hlađenje ima utjecaj na kritične sile. Kod stanja DH2 veće su sile i kod početka delaminacije prevlake i sila probijanja prevlake u odnosu na stanje P2, tablice 6.23 i 6.24. Najveći utjecaj na povećanje kritičnih sila imalo je nitriranje. Sila probijanja prevlake stanja P3 je 45 % veća od osnovnog stanja P2, a kod stanja DH3 za 50 % u odnosu na P2 što je vidljivo na slikama 6.75 i 6.76.

S tehnološkog aspekta smatra se da prevlaka ima prihvatljivu adhezijsku vezu s osnovnim materijalom ukoliko je sila  $L_{C5} > 60\text{N}$  [18]. Iz rezultata dobivenih ispitivanjem brazdanjem može se zaključiti da je adhezijska veza TiAlN prevlake i svih ispitanih stanja podloge vrlo dobra s aspekta tehničke primjene. Vidljivo je da je dubokim hlađenjem i nitriranjem došlo do poboljšana

adhezijske veze između prevlake i osnovnog materijala u odnosu na klasično toplinski obrađeno stanje. Dubokim hlađenjem postignuta je nešto veća sila probijanja prevlake dok je kod uzoraka koji su dodatno i nitrirani sila probijanja prevlake znatno veća od one klasično toplinski obrađenog uzorka.

Ovim ispitivanjem dokazana je pretpostavka da će promjena mikrostrukture podloge dubokim hlađenjem i nitriranjem utjecati na prionjivost prevlake te da će doći do poboljšanja prionjivosti.

Kod ispitivanja sile probijanja prevlake metodom kuglica na ploči („ball-on-flat“) uočeno je veliko rasipanje rezultata, slika 6.79. Razlog rasipanju je mala površina ispitivanja (amplituda 2,4 mm, kontakt s protutijelom je u točki) koja se odabire nasumično pa je moguće naići na neki mikro defekt u samoj prevlaci (pukotina, uključak) što će uzrokovati mjestimično lošija svojstva prevlake. Ipak dobiveni rezultati su u skladu s rezultatima ispitivanja brazdanja. Sila probijanja prevlake i kod ovog ispitivanja bila je veća za oba duboko hlađena stanja. Najveća sila probijanja prevlake je i ovdje bila za duboko hlađeno i nitrirano stanje DH3.

Rezultati su u skladu s rezultatima dobivenim ispitivanjem brazdanja što dodatno potvrđuje pretpostavku da će se promjenom mikrostrukture podloge utjecati na poboljšanje adhezijske veze podloge i prevlake.

#### • *Otpornost na suho klizno trošenje*

Iz rezultata ispitivanja otpornosti na suho klizno trošenje pri čemu je kriterij bio broj ciklusa do probijanja prevlake, slika 6.80, proizlazi da je najveći broj ciklusa izdržalo duboko hlađeno i nitrirano stanje, DH3. Klasično obrađeno stanje P2, izdržalo je u prosjeku veći broj ciklusa u odnosu na duboko hlađeno stanje DH2. Prosječni faktor trenja prevlake prije probijanja veći je kod duboko hlađenih stanja, slika 6.81. Treba napomenuti da je i kod ovog ispitivanja primijećeno rasipanje rezultata, a što se i očekivalo radi male površine ispitivanja koja je odabrana nasumično te uvijek postoji mogućnost postojanja nekih defekata u prevlaci.

Rezultati ispitivanja pokazuju da duboko hlađena stanja imaju bolju otpornost na trošenje od klasično popuštenih stanja. Volumen trošenja stanja DH2 manji je za oko 30 % od klasično toplinski obrađenog stanja P2. Nitrirano i duboko hlađeno stanje DH3 imalo je također manji volumen trošenja za oko 30 % od stanja P3. Jednako tako su i faktori trošenja za otprilike nešto više od 30 % manji kod duboko hlađenih stanja. U ovom ispitivanju nitriranje je imalo minimalan

utjecaj na povećanje otpornosti na trošenje, ali je zato velika razlika između klasičnog popuštanja i dubokog hlađenja.

- ***Otpornost na mikroabrazijsko trošenje***

Rezultati ispitivanja otpornosti na mikroabrazijsko trošenje pokazali su da su se duboko hlađena stanja, DH2 i DH3 trošila za otprilike 20 % manje u odnosu na klasično toplinski obrađena stanja, slika 6.84. Nitirana stanja P3 i DH3 su neznatno bolja od osnovnih stanja tj. može se zaključiti da je bolja otpornost na mikroabrazijsko trošenje postignuta dubokim hlađenjem nego nitiranjem.

### **Ispitivanje trošenja jednoreznim alatom („single point cutting tool machinability test“)**

Ispitivanje trošenja jednoreznim alatom pokazalo je da pločice bez prevlake nisu u prosjeku izdržale 15 min u zahvatu s odabranim parametrima već je do potpunog istrošenja pločica došlo u kraćem vremenu, u prosjeku nakon 8 min, a što je vidljivo na slici 6.92. Izmjereno trošenje stražnje površine bilo je veće od maksimalnog dopuštenog trošenja stražnje površine alata od brzoreznog čelika. Ne postoje točno definirane vrijednosti maksimalnog trošenja stražnje površine već se uzimaju okvirne vrijednosti koje ovise o različitim utjecajnim faktorima, a mogu iznositi za grubu obradu  $VB_{max} = 1,5$  mm, a za finu  $VB_{max} = 0,75$  mm. U tablici 6.32 prikazana su vremena koje su rezne pločice svih stanja izdržale pri kontinuiranom ispitivanju rezanja u trajanju od 15 min, a u tablici 6.33 vrijednosti trošenja stražnje površine svih stanja pri istom ispitivanju. Intenzivno trošenje reznih pločica posljedica je materijala obratka, čelika X210Cr12 koji ima značajan udio karbida u mikrostrukтури i teško je obradiv obradom odvajanja čestica.

Iz snimljenih krivulja trošenja prekidanjem obrade svake 2 min kod alata bez prevlake vidljivo je da je duboko hlađenje utjecalo na smanjenje trošenja alata. Nitrirano klasično toplinski obrađeno stanje P1 pokazalo je najmanje trošenje stražnje površine alata, manje od duboko hlađenog stanja, dok je duboko hlađeno i nitrirano stanje DH1 u ovom ispitivanju pokazalo najslabije rezultate, slika 6.95 a. Valja napomenuti ipak da su razlike u trošenju između promatranih stanja bez prevlake u okvirima standardne devijacije, a sve vrijednosti trošenja su značajno iznad maksimalno dopuštenog trošenja stražnje površine alata.



Iz prikazanih rezultata ispitivanja pločica s prevlakama pri kontinuiranoj obradi u trajanju od 15 min vidljiva je znatno bolja otpornost na trošenje u usporedbi s pločicama bez prevlake, slika 6.93. Uspoređujući pločice s TiAlN prevlakom vidljivo je da je trošenje stražnje površine duboko hlađenog stanja DH2 dvostruko manje nego klasično toplinski obrađenog stanja P2. Kod dodatno nitriranih reznih pločica neznatno manje trošenje stražnje površine alata imale su pločice koje su bile klasično toplinski obrađene prije nitriranja (P3) u usporedbi s duboko hlađenim pa nitriranim (DH3). Također, vidljivo je da kod duboko hlađenih stanja nitriranje podloge nije imalo toliko značajan utjecaj na povećanje otpornosti na trošenje za razliku od klasično toplinski obrađenih stanja kod kojih je nitriranje gotovo tri puta smanjilo trošenje stražnje površine alata.

Snimljene krivulje trošenja prekidanjem obrade svake 2 min kod alata s prevlakom pokazuju da je duboko hlađena podloga smanjila trošenje alata za tridesetak posto. Iz dijagrama na slici 6.95b vidljivo je da je nitriranje još više doprinijelo povećanju otpornosti na trošenje alata bez obzira na prethodno provedenu toplinsku obradu. Krivulje trošenja stanja P3 i DH3 gotovo se poklapaju.

Iz svih rezultata koji su dobiveni ovim ispitivanjem trošenja tokarenjem moguće je zaključiti da primjena dubokog hlađenja doprinosi povećanju otpornosti na trošenje reznih alata izrađenih od brzoreznog čelika, a što je u skladu i s postavljenom hipotezom ovog doktorskog rada. Kod alata na koje je nanesena TiAlN prevlaka duboko hlađena podloga utjecala je na povećanje otpornosti na trošenje reznih alata dva puta. Kod primijenjenog dupleks postupka nitriranja i prevlačenja pokazalo se da nitriranje ima znatno veći utjecaj na otpornost na trošenje nego primjena dubokog hlađenja. Za uočavanje veće razlike trebalo bi produljiti vrijeme snimanja krivulja trošenja kada bi se nakon duljeg vremena obrade vjerojatno pokazala razlika i između tih stanja.

## 8. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja utjecaja dubokog hlađenja i nitriranja u toplinskoj obradi brzoreznog čelika PM S390 MC na njegova svojstva te adhezijsku vezu čelika s TiAlN prevlakom zaključuje se:

- Primjenom dubokog hlađenja u toplinskoj obradi brzoreznog čelika PM S390 MC dolazi do promjena u mikrostrukturi koje su uočene pomoću rendgenske difrakcije. Uočene promjene odnose se na oblik i dimenzije karbida u mikrostrukturi. Pretpostavlja se da je došlo do izlučivanja nanometarskih  $\eta$  - karbida tipa  $M_2C$  koji utječu na otpornost na trošenje, a što je i u suglasnosti s literaturnim izvorima.
- Unatoč tome što ne dolazi do značajnog porasta tvrdoće, primjena dubokog hlađenja utjecala je na povećanje otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem, gotovo kao i nitriranje kod klasične toplinske obrade. Međutim, nitriranjem nakon dubokog hlađenja ta otpornost na adhezijsko trošenje se smanjuje. Isto tako, primjena dubokog hlađenja utjecala je i na povećanje otpornosti na abrazijsko trošenje. Pokazalo se da duboko hlađenje ima znatno veći utjecaj na porast otpornosti na abrazijsko trošenje nego nitriranje unatoč tome što kod nitriranja dolazi do povećanja površinske tvrdoće.
- Rendgenska difrakcija pokazala je da primjena dubokog hlađenja i nitriranja ne utječe na rast i mikrostrukturu TiAlN prevlake. Detaljnijom mikrostrukturnom analizom uočen je zrnati rast prevlake samo na klasično toplinski obrađenom stanju, dok je na ostalim stanjima rast prevlake bio stupičast. Prema literaturnim izvorima, navedena zrnata struktura TiAlN prevlake trebala bi dati značajno bolja svojstva od prevlaka sa stupičastom strukturom. Međutim, provedena ispitivanja pokazuju da takva zrnata struktura na klasično toplinski obrađenom stanju ima najslabije rezultate u svim ispitivanjima trošenja.
- Sva četiri promatrana stanja toplinske obrade brzoreznog čelika PM S390 MC omogućuju stvaranje vrlo dobre adhezijske veze s TiAlN prevlakom s aspekta tehničke primjene. Dubokim hlađenjem ne postiže se značajno povećanje sile probijanja prevlake (povećanje je u okviru standardne devijacije) ali nitriranje i nakon dubokog hlađenja i nakon klasične toplinske obrade ima veliki utjecaj na povećanje sile probijanja prevlake.

U uvjetima suhog kliznog trošenja tj. suhe abrazije, značajan utjecaj na povećanje otpornosti na trošenje imalo je duboko hlađenje dok nitriranje prije nanošenja prevlake nije utjecalo u

većoj mjeri. Sustavi TiAlN prevlaka na duboko hlađenim podlogama u odnosu na klasično toplinski obrađene sustave dali su znatno bolju otpornost i u uvjetima abrazijskog trošenja (suho klizno trošenje) i mikroabrazijskog trošenja bez obzira na nitriranje.

- U uvjetima ispitivanja trošenja jednoreznim alatom duboko hlađenje je pridonijelo povećanju otpornosti na trošenje stražnje površine reznih pločica, ali se pokazalo da daleko veći utjecaj na trošenje stražnje površine alata od dubokog hlađenja ima nitriranje prije nanošenja TiAlN prevlake.

Iz svega proizlazi da duboko hlađenje i nitriranje utječu na poboljšanje adhezijske veze brzoreznog čelika i TiAlN prevlake čime se ostvaruje bolja otpornost na trošenje posebno u uvjetima abrazijskog trošenja.

Također, primjenom dubokog hlađenja i nitriranja brzoreznog čelika dolazi do promjene mikrostrukture čime se povećava otpornost na trošenje reznih alata od te vrste materijala prevučenih TiAlN prevlakom.

U daljnjim istraživanjima potrebno je detaljno razjasniti mikrostrukturne razlike dobivene dubokim hlađenjem i klasičnom toplinskom obradom brzoreznog čelika radi uvida u mehanizme koji uzrokuju povećanje otpornosti na trošenje uz minimalno povećanje tvrdoće. Laboratorijskim metodama karakterizacije materijala potrebno je pronaći i karakterizirati  $\eta$  – karbide tipa  $M_2C$ , radi utvrđivanja kemijskih elemenata koji ih tvore, te osnovnih parametara rešetke kako bi se razjasnio njihov utjecaj na tribološka i eksploatacijska svojstva materijala.

## 9. LITERATURA

- [1] Treatise on materials science and technology, urednik D. Scott, Academic Press, inc., New York, 1979.
- [2] K. Holmberg, A. Matthews: Coatings Tribology, Elsevier Science B. V., Amsterdam 1994.
- [3] M. Soković, B. Barišić, S. Sladić: Model of quality management of hard coatings on ceramic cutting tools, Journal of Materials Processing Technology 209, 2009, 4207 – 4216
- [4] Barron R.F.: «Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance», Cryogenics, Vol.22, No. 8, pp 409-413, 1982.
- [5] Molinari, A., Pellizzari, M. et. al: «Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels», Journal of Materials Processing Technology 118 (2001), 350-355
- [6] Leskovšek, V., Kalin, M., Vižintin, J.: „Influence of deep-cryogenic treatment on wear resistance of vacuum heat-treated HSS“, Vacuum, 2006., 80, 507-518
- [7] Leskovšek V., Ule B.:“ Improved vacuum heat-treatment for fine-blanking tools from high speed steel M2“ Jorunal of Material Processing Technology 82 (1998), 89-94
- [8] Firouzdor, V., Nejati, E., Khomamizadeh, F.: „Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill“, Jorنال of Materials Processing Technology, 206, 2008., 467-472
- [9] Zhirafar, S., Rezaeian, A., Pugh, M.: „Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel“, Journal of Materials Processing Technology, 186, 2007., 298-303
- [10] Yang, H.S., Wang, J., Shen, B.L., Liu, H.H., Gao, S.J., Huang, S.J.: „Effect of cryogenic treatment on the matrix structure and abrasion resistance of white cast iron subjected to destabilization treatment“, Wear 261, 2006., 1150-1154
- [11] Cajner F., Landek D., Šolić S., Cajner H., Leskovšek V.: «Effect of deep cryogenic treatment on tribological properties of PM S390 MC high speed steel», New challenges in heat treatment and surface engineering, Cavtat 2009

- [12] Mohan Lal, D., Renganarayanan, S., Kalanidhi, A.,: „Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels“, Cryogenics 41, 2001., 149-155
- [13] V. Ivušić: Tribologija, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2002.
- [14] N. P. Suh: Tribophysics, Prentice – Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey, 1986
- [15] <http://xpvim.googlepages.com/first-page-cirp05-toolspy.pdf/>
- [16] R.F. A'vila, C. Godoy, A.M. Abrao, M.M. Lima: Topographic analysis of the crater wear on TiN, Ti(C,N) and (Ti,Al)N coated carbide tools, Wear 265, 2008, 49-56
- [17] <http://www.fsb.hr/kas>, Procesi obrade odvajanjem
- [18] P. Panjan, M. Čekada: Zaščita orodij s trdimi PVD – prevlekami, Institut „Jožef Stefan“, Ljubljana 2005.
- [19] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes: Alatni materijali, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 1996.
- [20] V. Leskovšek: Optimiranje postupka toplinske obrade brzoreznih čelika u vakuumu, doktorska disertacija, Zagreb, 1999.
- [21] G. Hoyle: High Speed Steels, Butterworths & Co., 2, 1988
- [22] B. Wadell: Metals & Materials, January 364, 1973.
- [23] G. A. Roberts et al, Tool Steels, American Society for Metals, Metals Park, OH, 599, 1971.
- [24] G. Hoyle, Recent developments in high-speed steels, Metallurgical Reviews, Vol. 9, No. 33, 1964, 49 - 91
- [25] A. Westgren, Jernkont. Ann. 117, 1993, 1
- [26] H. H. Weigand: Entwicklungsstand bei den Schnellarbeitsstählen, Technische Mitteilungen 70. Jahrgang, Heft 10/11, Oktober/November, 1977, 605 - 615
- [27] E. Kunze: D. E. W. Tech. Ber., 11 1971, 184
- [28] E. Haberling et al.: Einfluß des Kohlenstoffgehaltes auf die Fefufekausbildung und die Eigeschaften eines Schnellarbeitsstahles mit rd. 5% Mo, 2% V und 6% W, Stahl Eisen, 93, 1973, 645 – 652
- [29] [www.boehler.com](http://www.boehler.com)
- [30] B. Šuštaršić: „Kompozitno hitrorežno jeklo s trdnim mazivom“, doktorska disertacija, Ljubljana, 2000.
- [31] L. A. Dobrzanski: Structure and properties of high – speed steels with wear resistant cases or coatings, Journal of Materials Processing Technology 109, 2001, 44 - 51

- [32] E. Horn, High-speed steels, Atlas of Precipitate sin Steels, Verlag Stahleisen mbH Dusseldorf, 1983, 143 – 159
- [33] L. Colombier: Les aciers na coupe rapide, Traitement Thermique, 51, 1970., 33 - 42
- [34] D. J. Kamody: Using deep cryogenics to advantage, Advanced Materials & Properties, 10, 1998, 215 – 218
- [35] Wurzbach R. N., DeFelice W.: «Improving component wear performance through cryogenic treatment» Maintenance Reliability group, Brogue, Pennsylvania
- [36] Akbarizadeh A, Shafyei A, Golozar M.A.: «Effect of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel», Materials and Design, 2008.
- [37] Lasky R.C: «The effect of cryogenic tempering on tool steels», The cryogenic institute of New England
- [38] Meng F., Tagashira k., Azuma R., Sohma H.: «Role o eta-carbide precipitacion's in the wear resistance improvements Fe-12Cr-Mo-V-1,4C tool steel by cryogenic treatment», ISIJ International Vol. 34 (1994), No2,p.p.205-210
- [39] Stratton P.F.: «Process optimisation for deep cold treatment of tool steels», 1st International conference on heat treatment and surface engineering of tools and dies, IFHTSE 2005. Pula, str.11-19
- [40] Hirotsu, Nagakura, Acta Metallurgica 20, 1972, p. 645
- [41] K. Han, M. J. van Genderen, A. Böttger, H. W. Zandbergen, E. J. Mittemeijer: Phil. Mag. A, Vol. 81, N. 3, 2001, pp. 741 - 757
- [42] Das, D., Dutta, A.K., Ray, K.K.: «Optimization of the duration of cryogenic processing to maximize wear resistance of AISI D2 steel», Cryogenics 49 (2009), 176-184
- [43] Yun D., Xiaoping L., Hongshen X.: «Deep cryogenic treatment of high speed steel and its mechanism», Heat treatment of Metals, Vol. 25, No. #, pp 55 – 59, 1998.
- [44] S. Hogmark, S. Jacobson, M. Larsson: Design and evaluation of tribological coatings, Wear 246, 2000, 20 - 33
- [45] P.C. Jindal, A.T. Santhanam, U. Schleinkofer, A.F. Shuster: Performance of PVD TiN, TiCN, and TiAlN coated cemented carbide tools in turning, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 17, 1999, 163 -170
- [46] K.L. Mittal: Microscopic Aspects of Adhesion: Recent Trends and Prospects, Tribology Series, Volume 7, 1981, 153 - 165
- [47] D. M. Mattox: Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing, Noyes Publications, Westwood, 1998.



- [48] W. Kalss, A. Reiter, V. Derflinger, C. Gey, J.L. Endrino: Modern coatings in high performance cutting applications, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 24, 2006, 399–404
- [49] L.A. Dobrzanski, D. Pakuła, A. Križ, M. Soković, J. Kopač: Tribological properties of the PVD and CVD coatings deposited onto the nitride tool ceramics, *Journal of Materials Processing Technology* 175, 2006, 179–185
- [50] D.-Y. Wang, C.-L. Chang, K.-W. Wong, Y.-W. Li, W.-Y. Ho: Improvement of the interfacial integrity of (Ti,Al )N hard coatings deposited on high speed steel cutting tools, *Surface and Coatings Technology* 120–121, 1999, 388–394
- [51] J.M. Castanho, M.T. Vieira: Effect of ductile layers in mechanical behaviour of TiAlN thin coatings, *Journal of Materials Processing Technology* 143–144, 2003, 352–357
- [52] M. Godec, B. Šetina Batič, D. Mandrino, A. Nagode, V. Leskovšek, S. D. Škapin, M. Jenko: Characterization of the carbides and the martensite phase in powder-metallurgy high-speed steel, *Materials characterization* 61, 2010, 452 - 458
- [53] B. Podgornik, J. Vižintin, S. Jacobson, S. Hogmark: Tribological behaviour of WC/C coatings operating under different lubrication regimes, *Surface and Coatings Technology*, 177 – 178, 2004, 558 - 565
- [54] M. Kalin, J. Vižintin, A rolling – contact device that uses the ball-on-flat testing principle, *Wear* 256, 2004, 335 - 341
- [55] Z. Schauerl: Utjecaj tvrdoće podloge na trajnost tankih tvrdih prevlaka, *Doktorska disertacija*, Zagreb, 2000.
- [56] U. Helmersson, H.T.G. Hentzell, L. Hultman, M.K. Hibbs, J.E. Sundgren: Growth, Structure and Properties of TiN Coatings on Steel Substrates, *Physical Sciences Center*
- [57] P. Panjan: Razvoj prevlek TiN, ZrN, TiZrN in CrN, *Doktorsko delo*, Ljubljana 1995.
- [58] V. Leskovšek: Modeling of high-speed steels fracture toughness, *Materials and Manufacturing Processes*, 24, 2009, 603 - 609
- [59] EN 1071-2, 2003
- [60] ISO 14577, 2002
- [61] ENV 1071-3, 2000
- [62] CEN/TS 1071-8, 2004
- [63] CEN/TS 1071-8, 2004.

- [64] B. Podgornik, J. Vižintin, H. Ronkainen, K. Holmberg: Friction and wear properties of DLC – coated plasma nitrided steel in unidirectional and reciprocating sliding, *Thin Solid Films*, 377 – 378, 2000, 254 - 260
- [65] ISO 3685:1993 – „Tool life testing with single point turning tools“
- [66] [www.iscar.com](http://www.iscar.com)
- [67] T.V. SreeramaReddy, T. Sornakumar, M. VenkataramaReddy, R. Venkatram: Machinability of C45 steel with deep cryogenic treated tungsten carbide cutting tool inserts, *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 27, 2009, 181–185
- [68] A.S. Chaus, M. Hudakova,: Wear resistance of high-speed steels and cutting performance of tool related to structural factors, *Wear* 267, 2009, 1051 - 1055
- [69] A. I. Tyshchenko, W. Theisen, A. Oppenkowski, S. Siebert, O. N. RAZumov, A. P. Skoblik, V. A. Sirosh, Yu. N. Petrov, V. G. Gavriljuk: „Low-temperature martensitic transformation and deep cryogenic treatment of a tool steel“, *Materials Science and Engineering A* 527, 2010., 7027 - 7039
- [70] F. Cajner, V. Leskovšek, D. Landek, H. Cajner: „Effect of Deep-Cryogenic Treatment on High Speed Steel Properties“, *Materials and Manufacturing Processes* 24:7, 2009., 743 - 746

## ŽIVOTOPIS/BIOGRAPHY

**Sanja Šolić** (rođ. Roksandić) rođena je 01.07.1975. u Beču, Austrija. Osnovnu školu „25. maj“ i srednju Strojarsku tehničku školu završila je u Zagrebu. Paralelno je završila Osnovnu glazbenu školu gdje je svirala violinu te pohađala Srednju glazbenu školu gdje je svirala violu. Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu upisuje 1993. godine.

Diplomirala je strojarstvo 2001. godine obranom diplomskog rada „Uvođenje ISO sustava u proizvodnju krunskih zatvarača“. 2002. godine zapošljava se kao znanstveni novak na Katedri za toplinsku obradu i inženjerstvo površina na Zavodu za materijale te upisuje poslijediplomski studij smjer Materijali. Sudjelovala je na projektima Ministarstva znanosti obrazovanja i športa „Difuzijsko modifikiranje čelika karbidnim slojevima“, „Inženjerstvo površina u proizvodnji konstrukcijskih dijelova i alata“. Objavila je 2 članka u stranim časopisima te 18 radova u zbornicima stranih i domaćih skupova. Aktivno sudjeluje u nastavi iz više kolegija Zavoda za materijale.

Tijekom aktivnog bavljenja ekologijom (1998 – 2004) bila je voditeljica dva projekta („Čiste hrvatske rijeke“ i „Crorivers“) financiranih od strane Vlade RH, WWF-a i Zagrebačke banke te glavna koordinatorica projekta „Razvoj civilne inicijative u Karlovačkoj županiji“ financiranog od strane Open Society Institute.

Članica je Hrvatskog društva za toplinsku obradu i inženjerstvo površina, Hrvatskog društva za materijale i tribologiju, Hrvatskog društva za tehniku zavarivanja te Društva za zaštitu voda i okoliša. Služi se engleskim jezikom u govoru i pismu.

Udana, majka jedne kćeri.

**Sanja Šolić** was born on July 1<sup>st</sup> 1975. in Vienna, Austria. She finished elementary school „25. maj“ and secondary Technical school in Zagreb. Parallel she finished music elementary school where she studied violin and attended secondary music school where she studied viola. She enrolled Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in 1993 where she graduated mechanical engineering in 2001. with thesis “Implementation of ISO systems in the manufacture of crown closures”.

In the year 2002. she started working as a research assistant at the Department for Material Science, Chair for Heat Treatment and Surface Engineering. In academic year 2002/2003. she started postgraduate study of Material Science. During her work at the Department for Material Science she participated in several projects of Ministry of Science, Education and Sports and she published 2 scientific articles in foreign journals and also 18 papers in proceedings of international and domestic scientific conferences. She actively participates in several undergraduate courses of Department for Material Science.

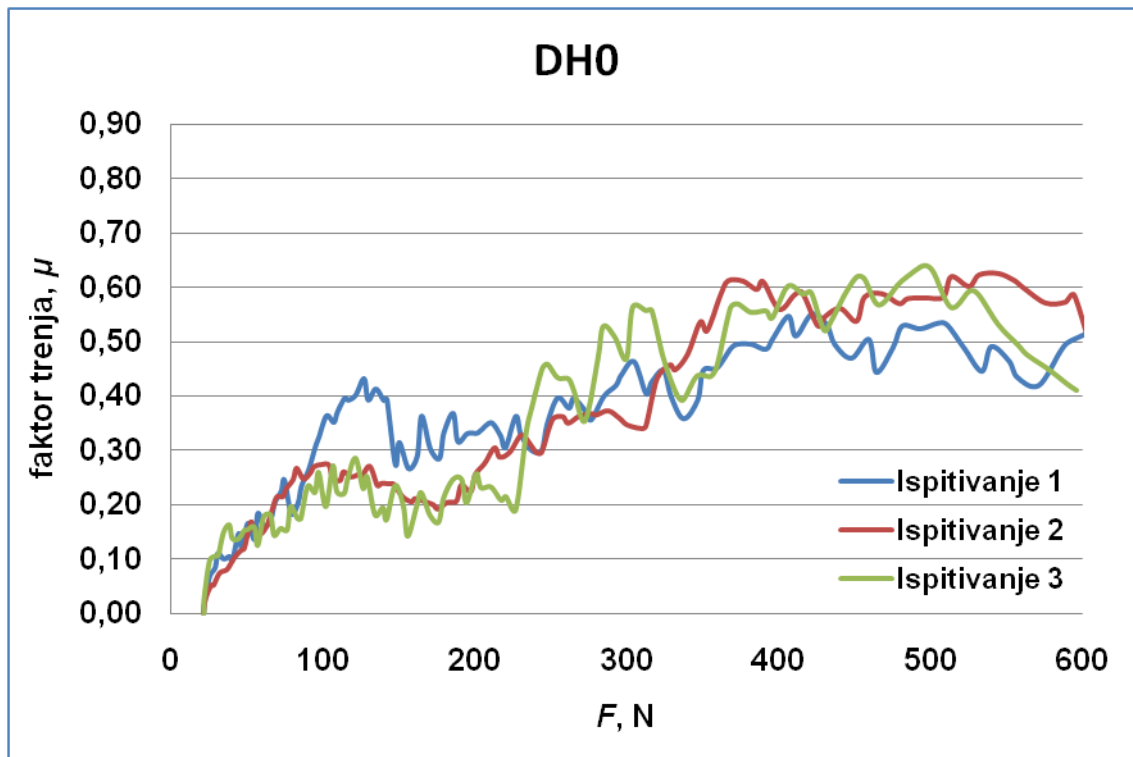
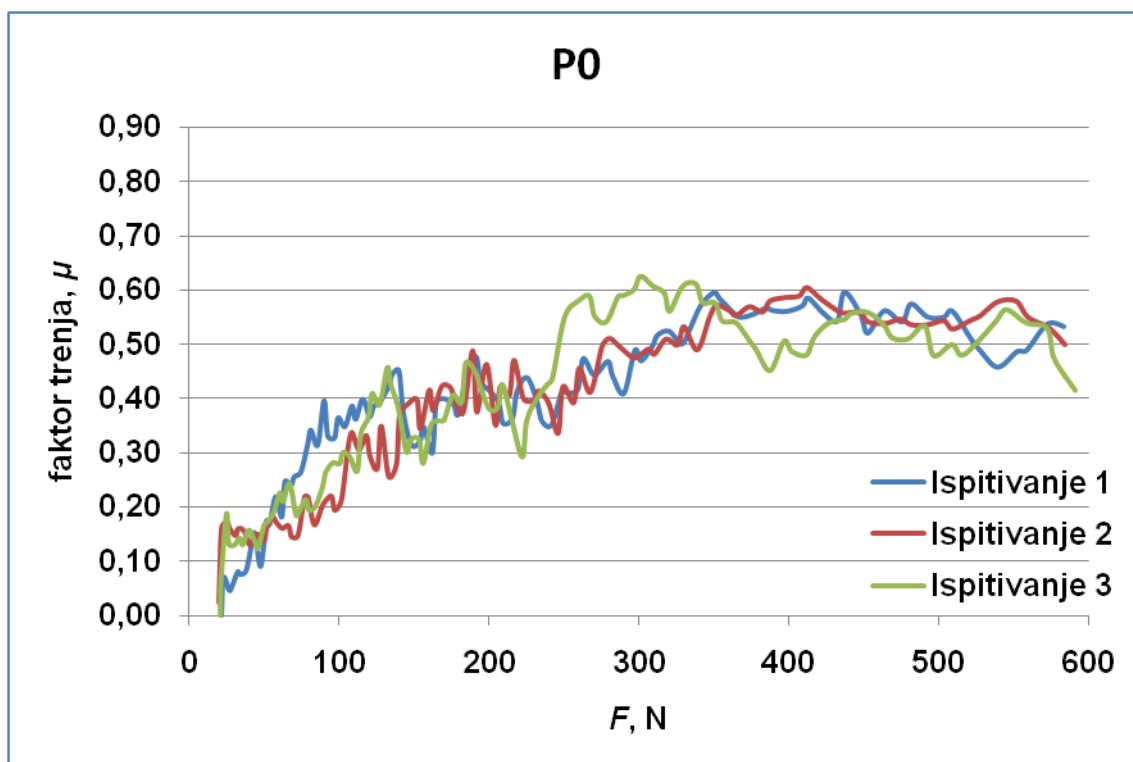
During her active work in environment protection (1998 – 2004.) she was a head of two projects financed by Croatian Government, WWF and Zagreb bank and a lead coordinator of the project “Development of Civil Initiative in Karlovačka county” financed by Open Society Institute. She is a member of Croatian Society for Heat Treatment and Surface Engineering, Croatian Society for Materials and Tribology, Croatian Welding Society and Society for Water and Environment Protection. She speaks English language.

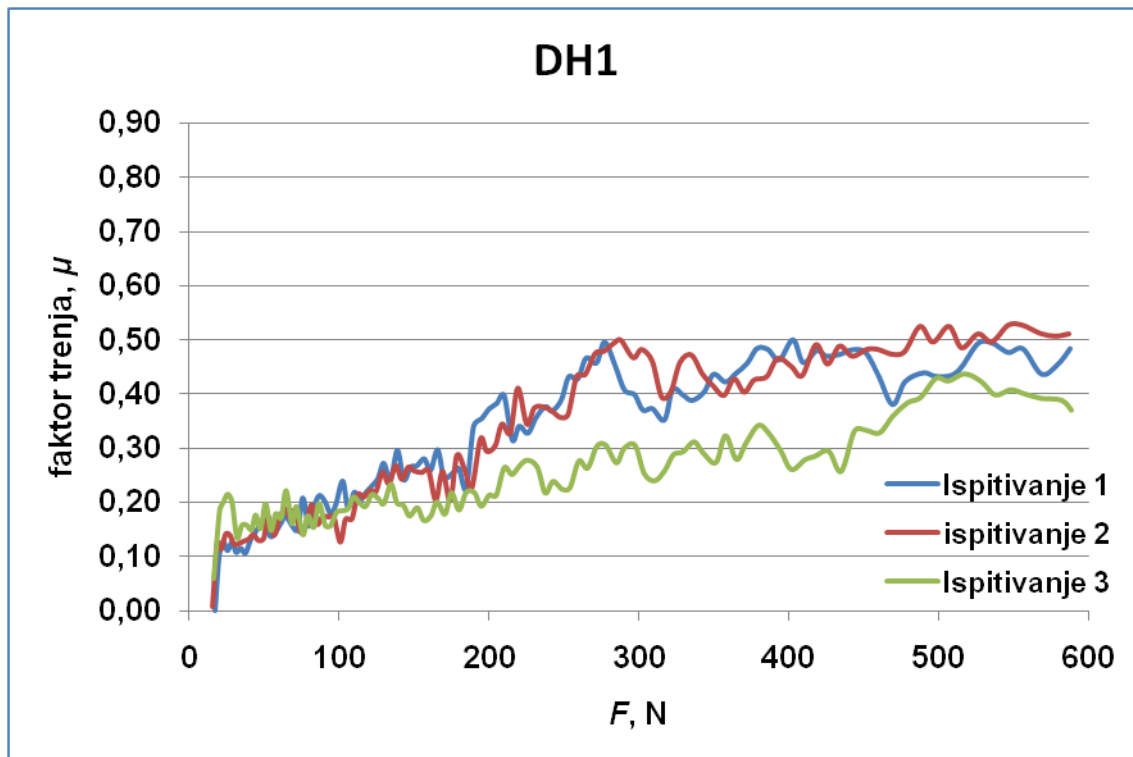
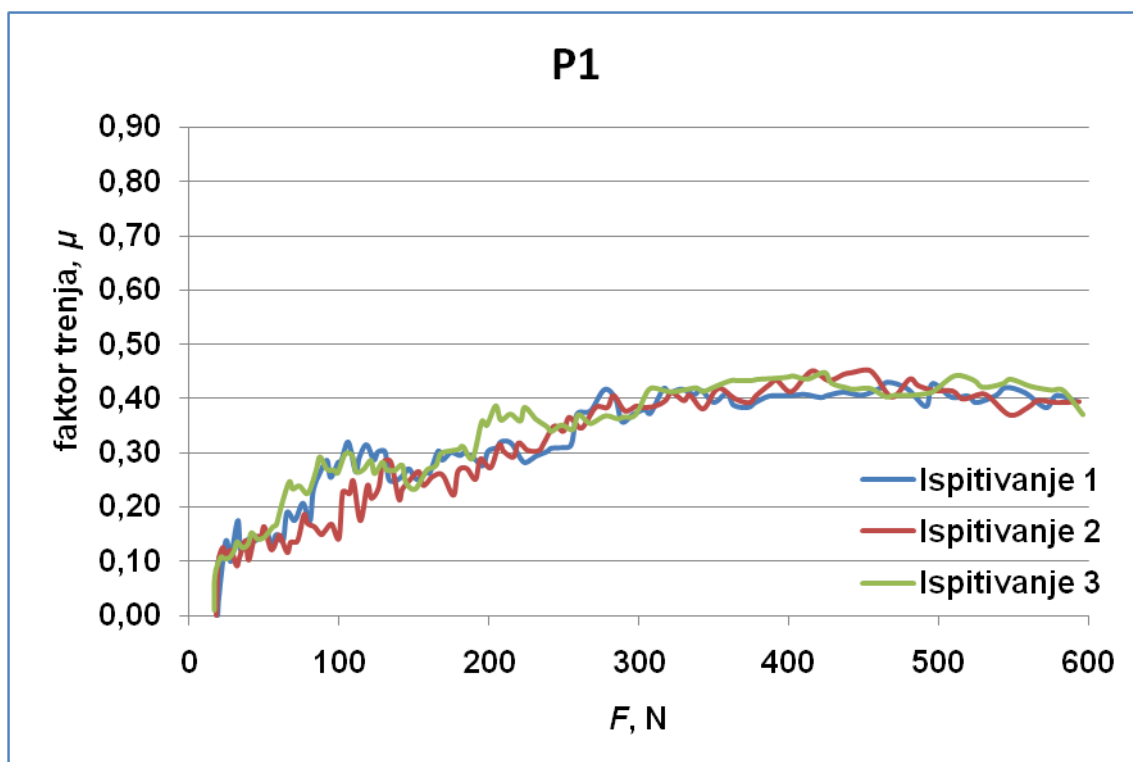
Married, mother of one daughter.

***PRILOG I***

---

- dijagrami faktora trenja pri ispitivanju otpornosti na adhezijsko trošenje naljepljivanjem za uzorke P0, DH0, P1 i DH1





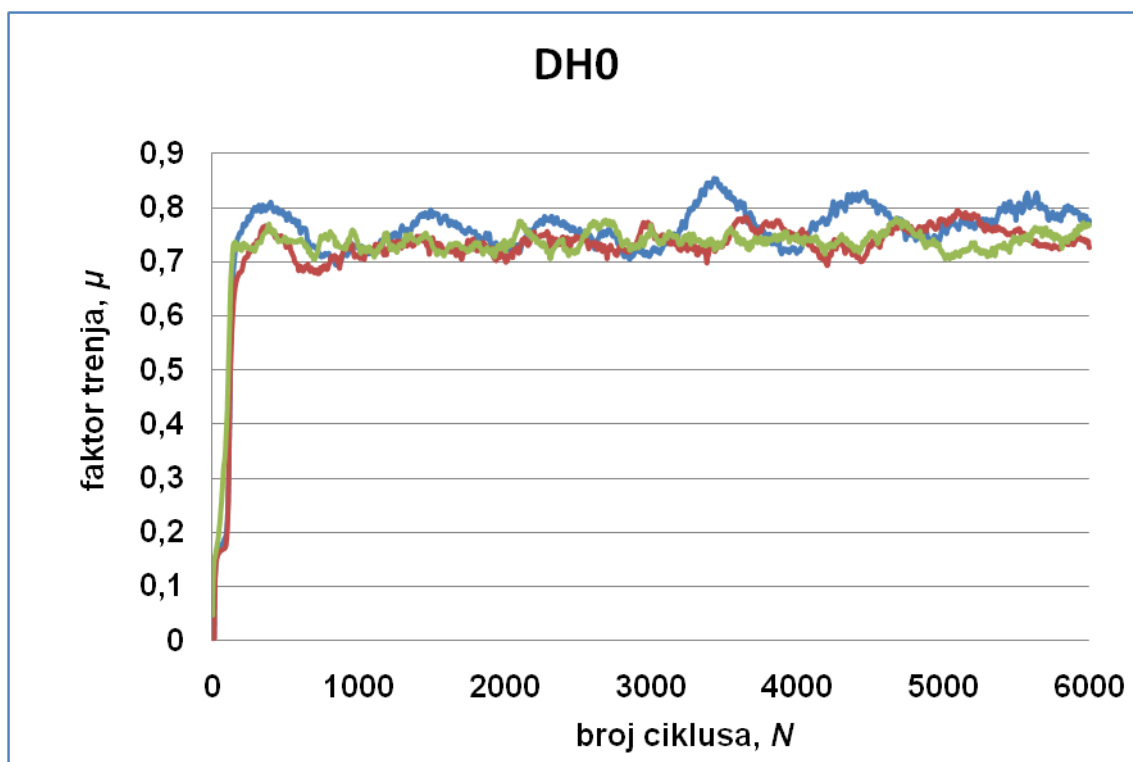
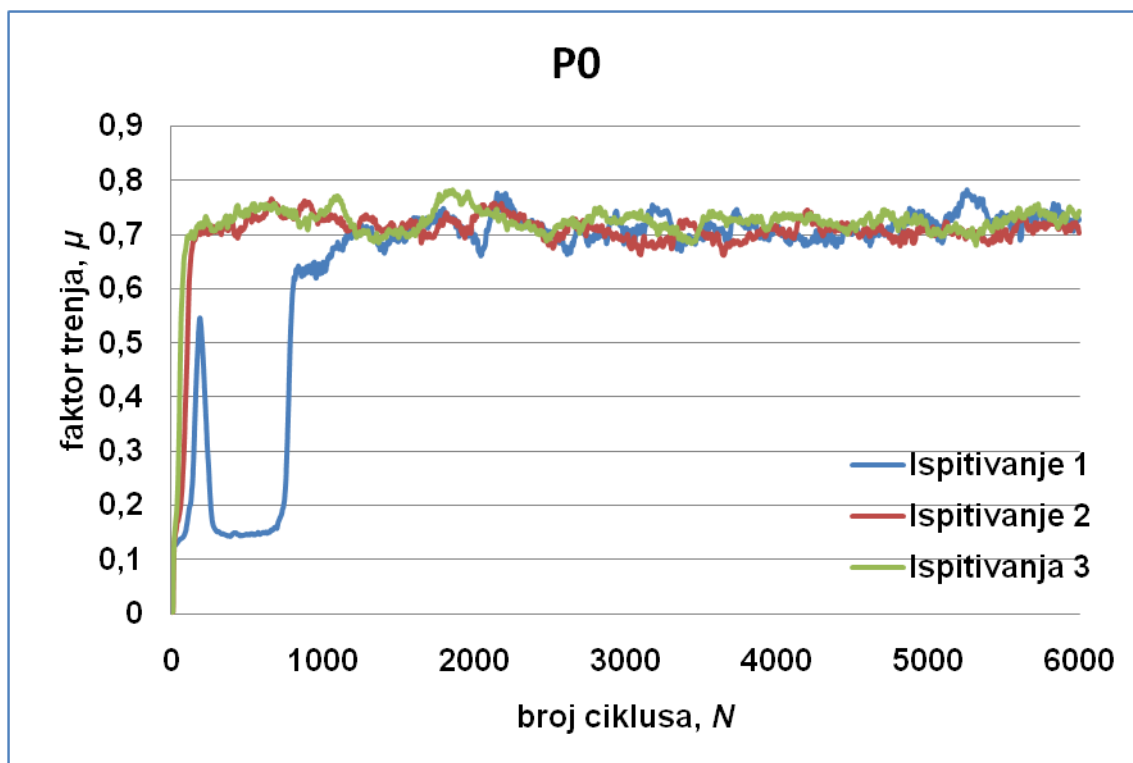


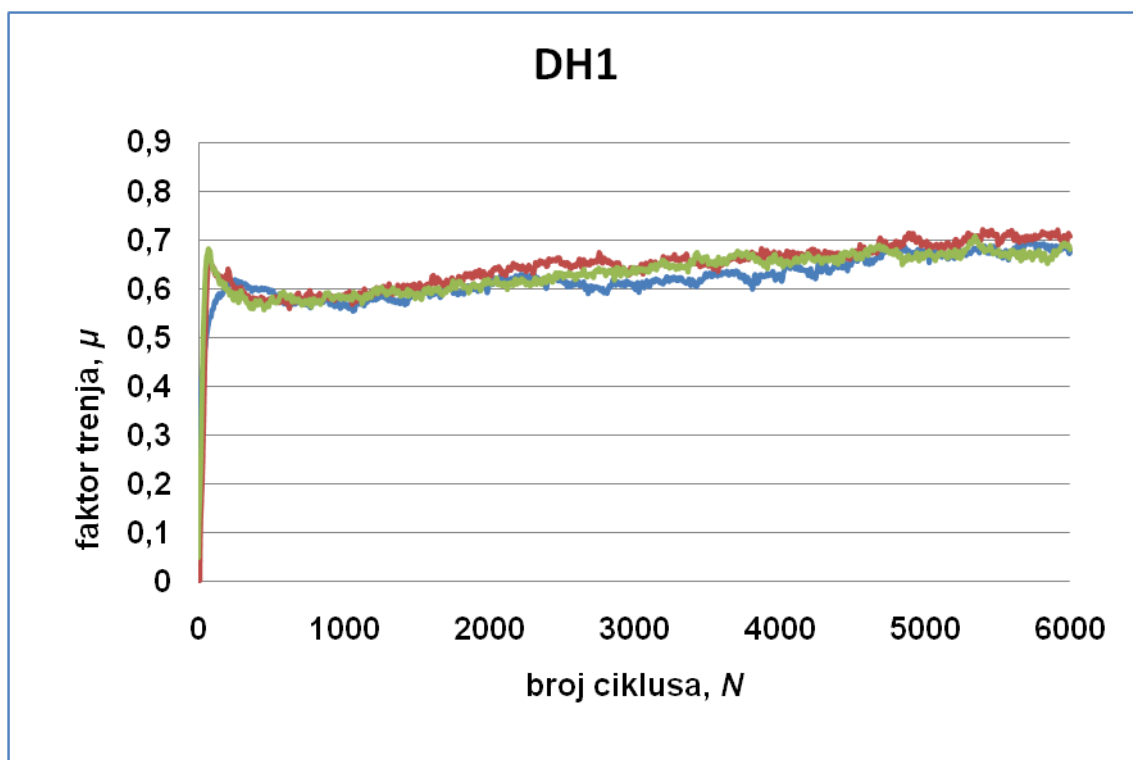
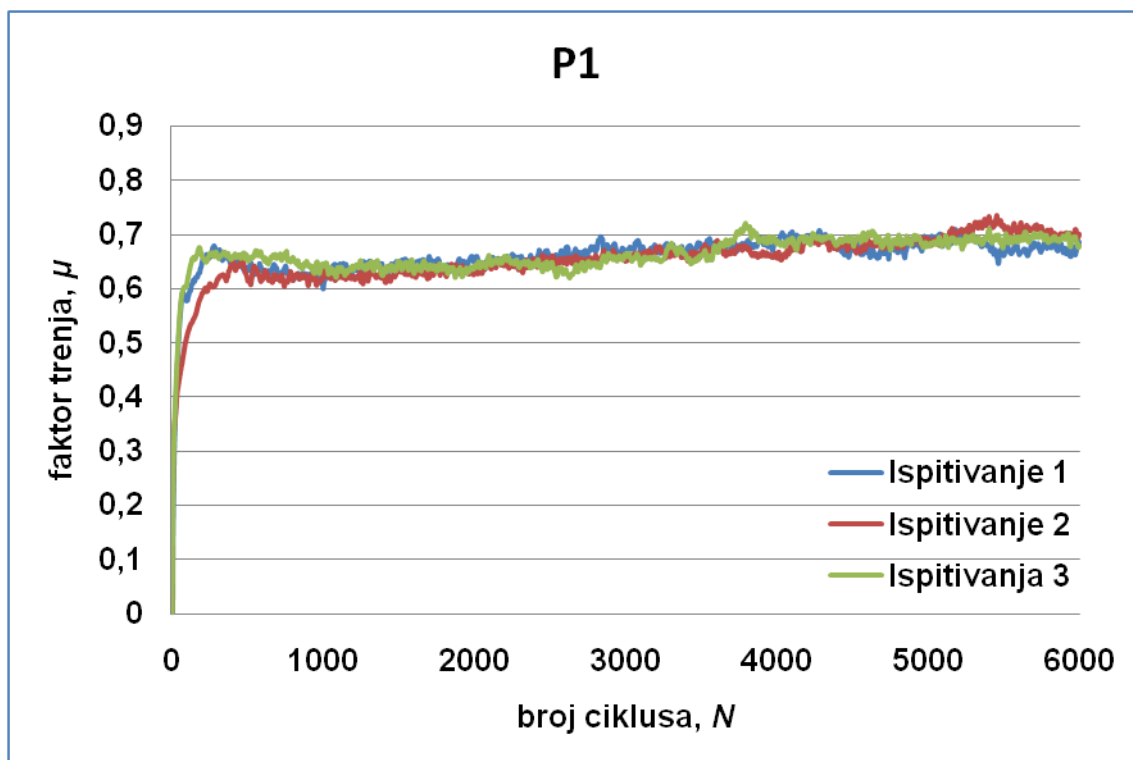


## ***PRILOG II***

---

- dijagrami faktora trenja pri ispitivanju otpornosti na suho klizno trošenje metodom „kuglica na ploči“ uzoraka P0, DH0, P1 i DH1







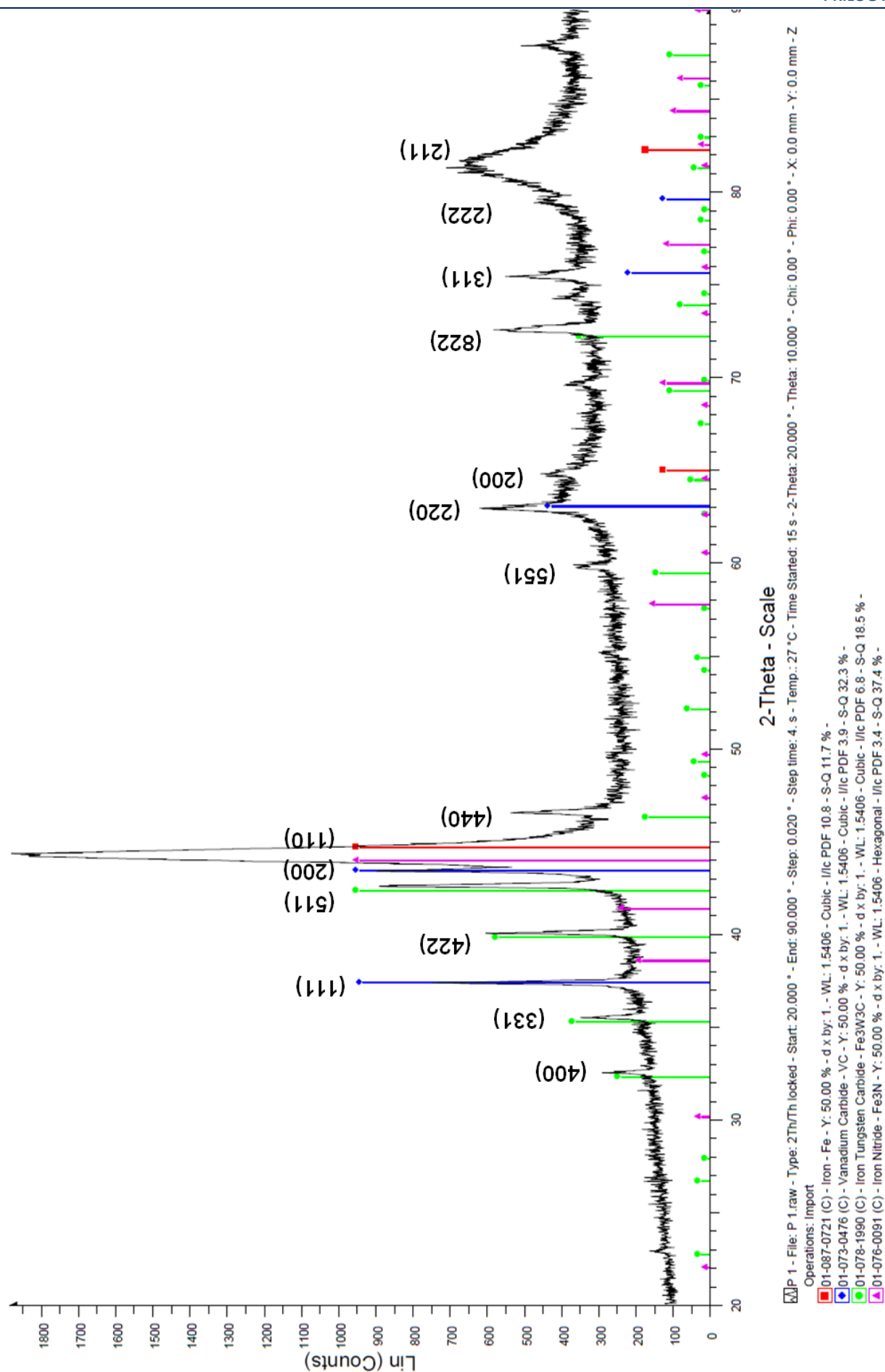
### ***PRILOG III***

---

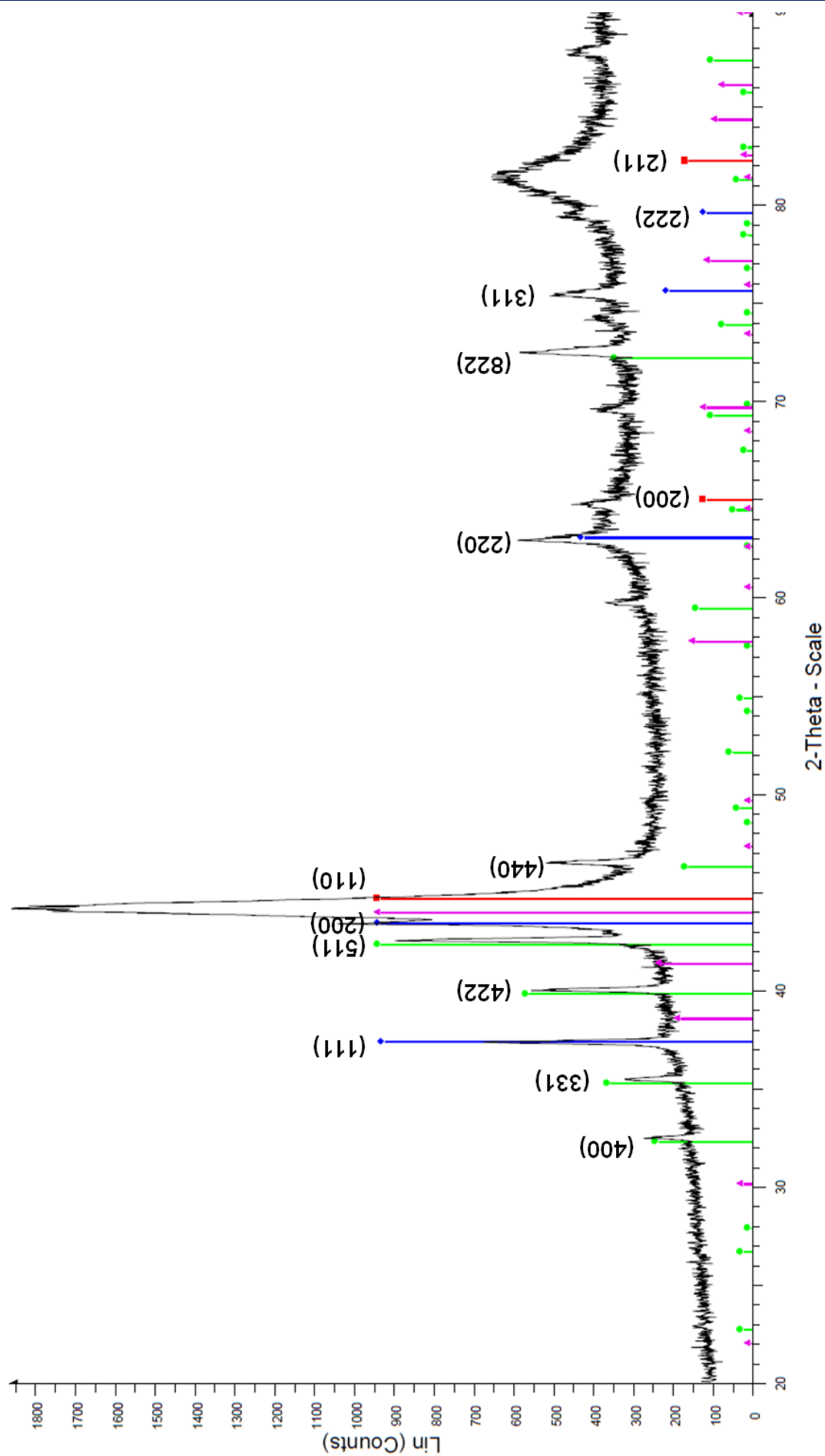
- rendgenogrami uzoraka P1, DH1, P3 i DH3



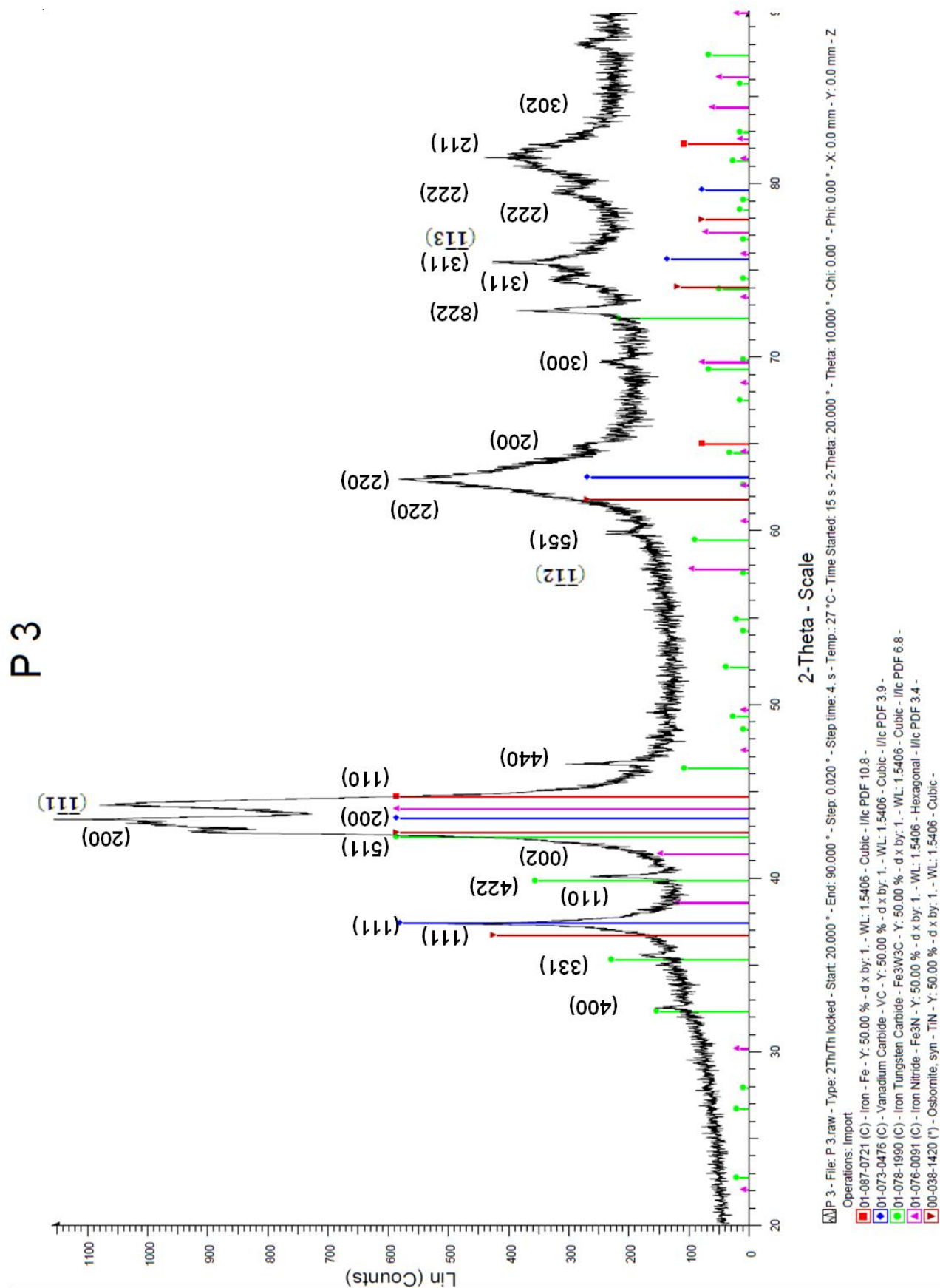
P 1



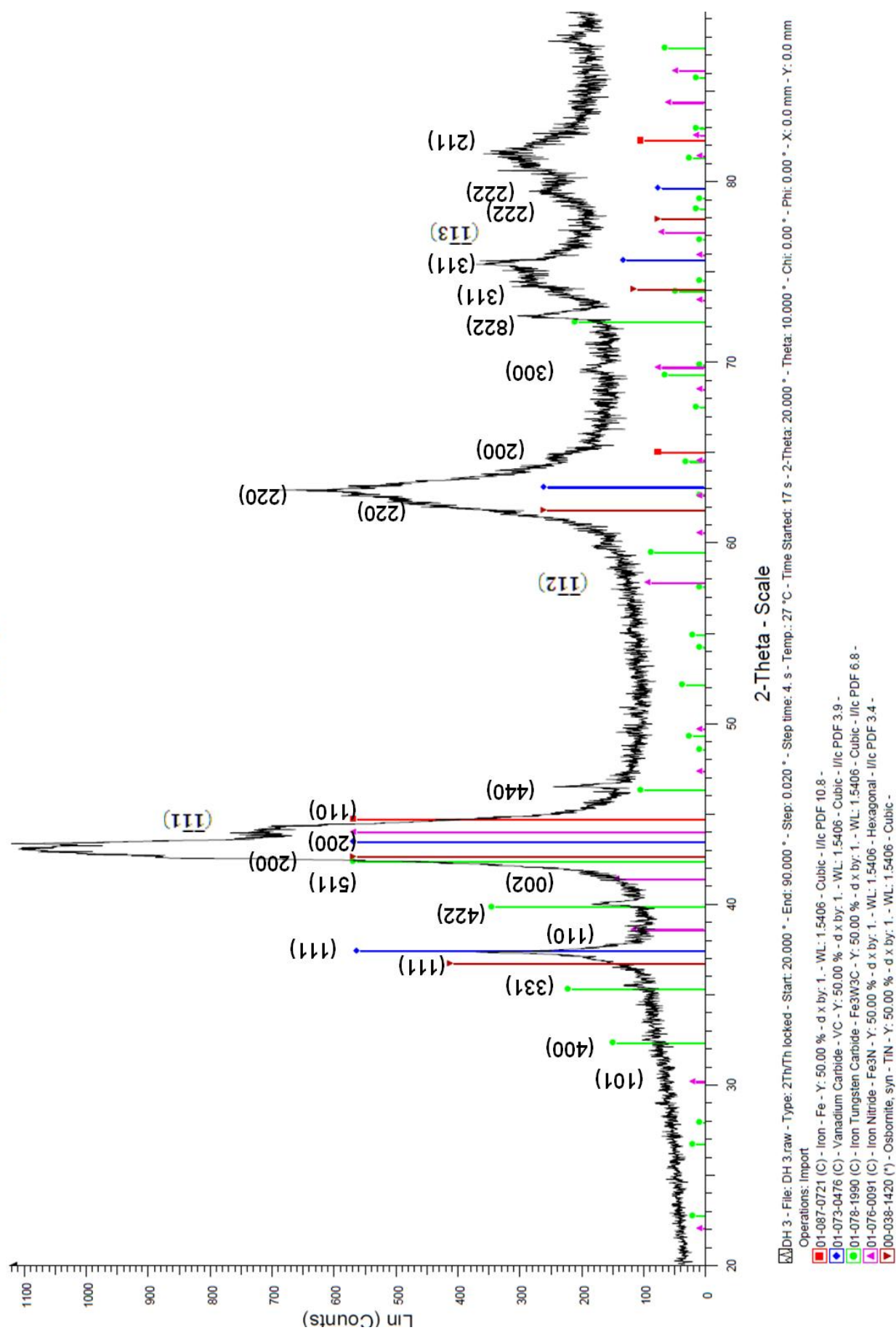
DH 1



DH 1 - File: DH 1.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 20.000 ° - End: 90.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 4. s - Temp.: 27 °C - Time Started: 16 s - 2-Theta: 20.000 ° - Theta: 10.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.00 ° - X: 0.0 mm - Y: 0.0 mm



## DH 3





## ***PRILOG IV***

---

- dijagrami sila – dubina utiskivanja pri ispitivanju mikotvrdoće TiAlN prevlake opterećenjem 50 i 100 mN za uzorke P2, P3, DH2 i DH3



